



# Influence du vieillissement statique sur la transition ductile-fragile des aciers au C-Mn

Anthony Marais

## ► To cite this version:

Anthony Marais. Influence du vieillissement statique sur la transition ductile-fragile des aciers au C-Mn. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0081 . pastel-00820563

**HAL Id: pastel-00820563**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00820563>**

Submitted on 6 May 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des Mines de Paris**

**Spécialité « Sciences et génie des matériaux »**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Anthony MARAIS**

le 26 novembre 2012

**Influence du vieillissement statique sur la transition ductile–fragile  
des aciers au C-Mn**

**Influence of the static strain ageing on the ductile–to–brittle transition  
in C-Mn steel**

Directeur de thèse : **Samuel FOREST**

Co-encadrement de la thèse : **Matthieu MAZIÈRE**

**Jury**

**Mme Clotilde BERDIN**, Professeur, ICMMO-LEMHE, Université PARIS XI

**Mme Monique GASPERINI**, Professeur, LSMP, Université Paris 13

**M. Benoît TANGUY**, Titre, Unité de recherche, CEA

**M. Hervé LAURENT**, Maître de Conférence, LIMATB, Université Bretagne-Sud

**M. Xavier LEMOINE**, Titre, Unité de recherche, Arcelor Mittal

**Mme Aurore PARROT**, Ingénieur chercheur, Département MMC, EDF R&D

**M. Samuel FOREST**, Directeur de recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

**M. Matthieu MAZIERE**, Docteur, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Invité

Invité

Directeur de thèse

Maître de thèse

**T  
H  
È  
S  
E**

**MINES ParisTech**

**Centre des Matériaux, UMR CNRS 7633**

BP 87 - 91003 EVRY Cedex, France



La mer est un espace de rigueur et de liberté

---

*Victor Hugo*





N 48° 36' 42.20"

E 2° 26' 19.74"

Il m'a valu un surnom donné au Centre des Matériaux, c'est « Capt'ain ». Je le dois à ma passion et à ma pratique de la voile. Bien souvent au cours de ces trois années de thèse j'ai pensé à ces paysages que seule la mer peut nous offrir. Ces embruns qui viennent se déchirer sur les côtes bretonnes acérées. C'est pourquoi j'aime à comparer ces trois années de thèse à une circumnavigation, une régates au fil de l'eau embarqué sur une machine de course.

La ligne d'arrivée est franchie, la boucle est bouclée.

Mais pour débiter un tel projet et pour l'accomplir pleinement il faut trouver financement et partenaires. Je remercie mon excellent sponsor et armateur EDF et particulièrement le site R&D des Renardières et Sylvain Leclercq. Merci de m'avoir fait confiance dès le début et de m'avoir donné les moyens de boucler la boucle.

Il y a des repères qui sont indispensables en mer pour avancer et nous guider. Des grands phares érigés en pleine mer qui sont toujours là à n'importe quelle heure et quelle que soit la météo pour nous faire avancer et nous aiguiller dans les méandres de l'océan. Des constructions parfois discrètes mais jouant un rôle primordial dans la survie du marin. Samuel a été un de ces guides là. C'est un de ces rôles qu'il a su jouer et je l'en remercie. Qu'elle fierté et quel honneur de l'avoir rencontré. Et puis il y a aussi des éléments essentiels à la sécurité des marins et qui les aident aussi à avancer en toute sérénité et tranquillité, les balises. Elles sont partout, nombreuses mais tellement utiles. Matthieu Mazière a été mes balises tout au long de ma route. Quelqu'un sur qui on peut compter, pleins d'idées et toujours à l'écoute. C'est une belle rencontre que j'ai faite, merci et j'espère bien pouvoir t'initier à ma passion un jour.

Merci à l'encadrement de mon sponsor, Aurore Parrot et Patrick Le Delliou. Merci pour la liberté accordée dans cette course, liberté tant scientifique qu'humaine qui ont largement contribué au bon déroulement des événements.

Comme dans tout sport mécanique et a fortiori la voile, l'équipe technique est importante et joue son rôle. Elle prépare, gère et réagit au moindre pépins mécaniques. Mon équipe a été efficace et sans faille. Je remercie Willy Vincent, Denis Chollet et Christophe Sonnefraud. Ils ont été d'un soutien technique sans égal.

On fait des rencontres au rythme des escales et on se prend d'admiration pour certaines personnes. Des gens d'expériences qu'on pourrait écouter des heures durant et qui nous donne des conseils précieux et nous font partager leur expérience et nous transmettent un peu de leur savoir. André Pineau fait partie de ces gens-là.

Dans toute compétition, il y a des règles et un jury pour les évaluer et veiller au respect de celles-ci. Je remercie chaleureusement mon jury et particulièrement mes rapporteurs, Monique Gaspérini et Benoît Tanguy pour avoir accompli la tâche lourde et délicate qui leur a été donnée. Merci à Clotilde Berdin d'avoir accepté de présider ce jury et qui a mis un point d'honneur à clore ce projet qu'elle avait porté et initié. Je remercie Xavier Lemoine qui connaît bien le sujet et ces problématiques d'avoir pris part en tant qu'examinateur. Il ne faut pas oublier ses origines et les étapes qui nous influencent au gré du vent, et mon passage à l'Université de Bretagne Sud y est pour beaucoup, c'est pourquoi la présence d'Hervé Laurent dans mon jury représentait pour moi une façon de remercier plus globalement et

---

généralement l'ensemble du corps professoral et de souligner la qualité de la formation dispensée en cette ville qui m'est chère : Lorient.

Parce que cette navigation de trois années est loin d'être une navigation en solitaire, comment ne pas citer et remercier mes collègues, devenus amis, embarqués dans le même bateau : Guillaume, Julian, Prajwal, Rémi, Mickaël. Quel bel équipage ce bureau A005, merci pour ces bons souvenirs.

Enfin, je remercie sincèrement toutes les personnes côtoyées au fil de l'eau et au rythme des escales qui se reconnaîtront en lisant ces quelques lignes.

Inévitablement lors de longues navigations, on laisse des gens à terre. La famille subit parfois cet éloignement et ces longues périodes sans nouvelles. Mais les retrouvailles sur le ponton ne sont que plus fortes et plus belles une fois le retour à terre. Je les remercie pour leur compréhension et d'avoir été sur les pontons en ce jour d'arrivée. Il y a une personne qui compte et qui a compté plus que tout dans cette aventure, Elen. Elle partage cette même passion et a pris part également à faire cette même aventure. Je t'attends sur la ligne d'arrivée.

*Bon Vent*

---



# Table des matières

<b>1</b>	<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Étude bibliographique</b>	<b>5</b>
2.1	Vieillessement statique et bandes de Lüders . . . . .	5
2.1.1	Introduction . . . . .	5
2.1.2	Observations à l'échelle macroscopique . . . . .	5
2.1.3	Problème de la limite d'élasticité . . . . .	6
2.1.4	Origine et mécanismes physiques . . . . .	8
2.1.5	Aspect polycristallin et front de bande . . . . .	9
2.1.6	Mesures de champs . . . . .	13
2.1.7	Influence de différents paramètres . . . . .	16
2.2	Mécanismes et modèles de rupture . . . . .	24
2.2.1	Rupture fragile . . . . .	25
2.2.2	Transition ductile–fragile . . . . .	27
2.2.3	L'essai Charpy . . . . .	28
2.2.4	Simulation de l'essai Charpy . . . . .	30
2.2.5	Relation résilience–ténacité . . . . .	31
2.2.6	Résumé . . . . .	34
2.3	Modélisation du comportement . . . . .	35
2.3.1	Lois de comportement à base physique . . . . .	35
2.3.2	Lois de comportement phénoménologique . . . . .	42
2.4	Conclusion . . . . .	45
<b>3</b>	<b>Comportement mécanique : étude expérimentale</b>	<b>47</b>
3.1	Présentation de l'acier A42 . . . . .	47
3.1.1	Composition chimique . . . . .	47
3.1.2	Microstructure . . . . .	48
3.2	Caractérisation du comportement de l'acier A42 . . . . .	48
3.2.1	Procédure expérimentale . . . . .	50
3.2.2	Comportement en traction quasi-statique . . . . .	52
3.2.3	Influence de la méthode de mesure de la déformation lors des essais de traction . . . . .	55
3.2.4	Analyse des résultats . . . . .	55
3.3	Effet du trajet de chargement . . . . .	56
3.3.1	Procédure expérimentale . . . . .	56
3.3.2	Résultats des essais de « traction/compression » . . . . .	57
3.3.3	Analyse des résultats . . . . .	60
3.4	Mesures de champs . . . . .	60
3.4.1	Procédure expérimentale . . . . .	60
3.4.2	Observation et propagation des bandes de Lüders . . . . .	61
3.5	Étude d'essais de « désancrage » . . . . .	63
3.5.1	Procédure expérimentale . . . . .	63
3.5.2	Résultats des essais de fatigue et de traction associés . . . . .	63
3.5.3	Analyse des résultats . . . . .	66
3.6	Conclusion . . . . .	67

<b>4</b>	<b>Modélisation du comportement mécanique et identification</b>	<b>69</b>
4.1	Analyse mécanique d'une bande de Lüders . . . . .	69
4.1.1	État de contrainte . . . . .	69
4.1.2	État de déformation . . . . .	70
4.2	Étude de dépendance de maillage . . . . .	71
4.2.1	Loi de comportement . . . . .	71
4.2.2	Résultats numériques : dépendance au maillage . . . . .	72
4.2.3	Conclusion . . . . .	75
4.3	Modèle de microplasticité à gradient de déformation . . . . .	77
4.3.1	Motivation . . . . .	77
4.3.2	Théorie . . . . .	77
4.3.3	Étude numérique . . . . .	78
4.3.4	Régularisation : résultats . . . . .	79
4.4	Identification des paramètres matériau du modèle de vieillissement statique . . . . .	81
4.4.1	Présentation du modèle . . . . .	81
4.4.2	Méthodes d'intégration et de résolution . . . . .	83
4.4.3	Procédure d'identification sur un point matériel . . . . .	85
4.4.4	Validation sur des simulations par éléments finis 2D . . . . .	91
4.4.5	Validation sur éprouvettes 3D . . . . .	92
4.5	Conclusion . . . . .	95
<b>5</b>	<b>Comportement à rupture : étude expérimentale</b>	<b>99</b>
5.1	Essais de résilience Charpy . . . . .	99
5.1.1	Procédure expérimentale . . . . .	99
5.1.2	Matrice d'essais . . . . .	100
5.1.3	Pré-écrouissage des éprouvettes Charpy . . . . .	101
5.1.4	Résultats des essais de résilience . . . . .	102
5.2	Courbes de transition ductile–fragile . . . . .	106
5.2.1	Traçage des courbes de résilience Charpy . . . . .	106
5.2.2	Courbe de transition ductile–fragile à l'état ER . . . . .	106
5.3	Comparaison des 3 conditions matériau . . . . .	107
5.3.1	Courbe de transition ductile–fragile, « cristallinité » . . . . .	108
5.3.2	Courbe charge–déplacement . . . . .	108
5.4	Étude à une température de dispersion à -20°C . . . . .	110
5.5	Observations fractographiques . . . . .	111
5.5.1	Aspect macroscopique . . . . .	111
5.5.2	Aspect microscopique . . . . .	113
5.6	Conclusion . . . . .	115
<b>6</b>	<b>Modélisation et prévision de la rupture fragile et courbe de transition</b>	<b>117</b>
6.1	Simulation numérique de l'essai Charpy . . . . .	117
6.1.1	Présentation des maillages utilisés . . . . .	117
6.1.2	Conditions aux limites . . . . .	117
6.1.3	Étude de convergence . . . . .	119
6.1.4	Formulations et types d'éléments . . . . .	120
6.2	Application du modèle de rupture fragile . . . . .	122
6.2.1	Rappels sur le modèle de Beremin . . . . .	122
6.2.2	Démarche globale . . . . .	124
6.2.3	Identification du modèle de Beremin . . . . .	125
6.2.4	Résultats courbe de transition basse pour le matériau ER . . . . .	129

6.3	Prévision pour les autres conditions du matériau . . . . .	130
6.3.1	Comportement écroui et écroui-vieilli . . . . .	131
6.3.2	Localisation de la déformation plastique dans la simulation de l'essai Charpy . . . . .	132
6.3.3	Prévision de la courbe de résilience (transition basse) pour les autres conditions . . . . .	134
6.3.4	Synthèse de la prévision de la partie basse de la courbe de transition de la résilience pour les trois conditions . . . . .	134
6.4	Courbes Charge-déplacement . . . . .	136
6.4.1	Analyse numérique . . . . .	136
6.4.2	Comparaison expérimental-numérique . . . . .	137
6.5	Discussion . . . . .	137
6.5.1	Prise en compte de l'écrouissage cinématique . . . . .	137
6.5.2	Prise en compte du « désancrage partiel » . . . . .	141
6.6	Conclusion . . . . .	143
<b>7</b>	<b>Conclusion et perspectives</b>	<b>145</b>
7.1	Conclusion . . . . .	145
7.2	Perspectives . . . . .	148
	<b>Bibliographie</b>	<b>149</b>
<b>A</b>	<b>Plan de prélèvement</b>	<b>155</b>
<b>B</b>	<b>Courbes de traction-compression</b>	<b>157</b>
<b>C</b>	<b>Essais de traction avec mesures de champs</b>	<b>159</b>
C.1	Essai 13C . . . . .	160
C.2	Essai 17A . . . . .	161
C.3	Essai 21B . . . . .	162
C.4	Essai 33 . . . . .	163
<b>D</b>	<b>Essais de traction sur éprouvette ER et sur éprouvette vieillie</b>	<b>165</b>
<b>E</b>	<b>Plan de prélèvement du barreau de traction</b>	<b>167</b>
<b>F</b>	<b>Prélèvement et usinage dans le barreau</b>	<b>169</b>
<b>G</b>	<b>Résultats détaillés des essais Charpy</b>	<b>171</b>
G.1	Résultats expérimentaux 3 conditions . . . . .	171
G.2	Reproductibilité, température de dispersion . . . . .	179
G.3	Comparaison Charge-déplacement, expérimental-numérique . . . . .	181





Les aciers ferritiques pour structures industrielles présentent une transition ductile–fragile de ténacité et de résilience avec la température. Leur résistance à la rupture fragile joue un rôle essentiel dans la certification de la sécurité des structures industrielles importantes comme les centrales nucléaires. De nos jours, le souci de performance et de longévité sont des points clés pour des acteurs majeurs du secteur comme EDF. L'augmentation de la durée de vie en service des centrales est un objectif capital pour rester compétitif tout en garantissant une sécurité maximale et optimale.

Dans cette recherche de transition ductile–fragile de ténacité et de résilience, la ténacité est prédite à partir de la résilience. Plusieurs travaux antérieurs ont déjà montré que la probabilité de rupture par clivage peut être correctement décrite dans le palier fragile par une approche locale de la rupture telle que proposée par Beremin [Beremin, 1983]. Mais ces études supposent que le matériau ne subit pas de vieillissement sous déformation, ce qui est en fait rarement pertinent pour les aciers bas carbone et peu calmés (rappelons qu'un acier calmé est un acier qui est désoxydé au cours de son élaboration par l'addition dans l'acier liquide d'éléments très avides d'oxygène tels que l'aluminium, le calcium, ...).

Ce phénomène de vieillissement provient de l'ancrage des dislocations par des atomes de soluté. Or, on sait, depuis longtemps, que le vieillissement sous déformation, et en particulier pour le cas du vieillissement statique, déplace la transition ductile–fragile vers des températures plus importantes [Houssin et al., 1980] et ce décalage fragilise le matériau.

Le vieillissement statique sous déformation est directement associé aux instabilités mécaniques dites de Piobert–Lüders [Piobert, 1842, Lüders, 1860]. Lors d'un essai de traction simple, ces instabilités se manifestent par la propagation de bandes de localisation de la déformation plastique avant l'écrouissage plastique homogène de l'éprouvette. Ce même vieillissement statique influence aussi nettement le déclenchement du clivage [Houssin et al., 1980]. Ces observations et influences connues justifient pleinement une étude approfondie pour mieux appréhender, décrire, comprendre et anticiper l'influence de ce phénomène.

Des travaux antérieurs menés à l'École Centrale (MSSMat) et à Mines ParisTech (Centre des Matériaux) par Belotteau [Belotteau, 2009] permettent de modéliser des essais sur des éprouvettes CT par éléments finis en tenant compte du vieillissement sous déformation et donc de la localisation de la déformation plastique associée au désancrage des dislocations. Ces travaux ont été plus axés sur le vieillissement dynamique et l'effet Portevin–Le Chatelier (PLC) qui apparaît dans ces aciers à plus haute température (200°C–300°C). Cet autre type de localisation de la déformation est susceptible de modifier de manière importante les champs mécaniques dans les zones à forts gradients (type fond d'entaille).

Le projet de recherche lié à cette étude s'inscrit dans un programme débuté il y a maintenant quelques années. Les protagonistes industriels, tels que le CEA ou encore EDF, ont

débuté les travaux dans le domaine du vieillissement sous déformation depuis la thèse de J.C Moreno [Moreno, 1998] et S. Graff [Graff, 2006] relayés par J. Belotteau [Belotteau, 2009] et poursuivis par W. Huaidong [Wang, 2011]. Les problèmes liés au vieillissement statique sont pris en compte empiriquement dans le dimensionnement des structures chez EDF et plus particulièrement sur les tuyauteries du circuit secondaire, domaine d'application de l'étude. Ces tuyauteries sont en acier au carbone-manganèse. EDF souhaite éviter des opérations de maintenance lourde (contrôles, réparations, remplacements, ...) en justifiant mieux l'intégrité des composants. Pour ce faire, il est nécessaire d'améliorer les analyses de nocivité de défauts et notamment la prédiction de la transition de ténacité. Á ce jour, la résilience n'est pas une grandeur dimensionnante mais elle est mieux appréhendée que la ténacité. Un des objectifs de la thèse est de comprendre l'origine de l'influence du vieillissement statique sur la transition. La finalité est de prévoir la rupture en présence du vieillissement statique.

Il s'agit donc d'expliquer l'influence de ces instabilités mécaniques de Lüders sur la transition ductile–fragile dans un acier au C-Mn. Le problème est abordé selon deux aspects. Les objectifs initiaux sont regroupés selon les deux origines principales de cette influence :

- ✓ mécanique, avec la description correcte de l'écrouissage en présence de vieillissement statique posant de nombreuses questions,
- ✓ physique, avec l'ancrage et le désancrage des dislocations par les atomes en solution pouvant modifier les mécanismes d'amorçage du clivage.

Ce phénomène de vieillissement, d'un point de vue mécanique, se traduit sur les courbes de traction simple par un crochet de traction et un palier dit de Lüders. Pour le calcul de structures (type éprouvette de résilience), la non prise en compte du pic et/ou du plateau influe sur la prévision du clivage par Beremin. Il est bon de tenir compte du phénomène dans son ensemble avec si possible une base « physique ». Il sera nécessaire de caractériser le comportement du matériau aux états ancrés et désancrés. L'écrouissage sera pris en compte à travers l'évolution de la densité de dislocations. Enfin, l'objectif final étant de prévoir la rupture fragile en présence de vieillissement statique, on s'intéressera aux critères de rupture fragile et notamment au modèle de Beremin [Beremin, 1983].

En premier lieu (chapitre 2), un état de l'art synthétisera les éléments fondamentaux du vieillissement statique. Une bonne compréhension des mécanismes mis en jeu et des phénomènes associés est indispensable. On recense un grand nombre de paramètres (composition chimique, vitesse de déformation, température, ...) qui influent sur le vieillissement statique. Quels sont leurs rôles et dans quelle mesure jouent-ils ? On présentera également des modèles de loi de comportement permettant de simuler ce phénomène de Lüders. Enfin, on étudiera les moyens expérimentaux actuels capables de nous renseigner sur le vieillissement statique, l'évolution et la propagation des bandes de Lüders.

Dans la seconde partie (chapitre 3), une base de données expérimentales a été construite dans le but de constituer un nombre suffisant d'essais pour identifier les paramètres du futur modèle adopté. Des essais de traction à différentes vitesses de déformation et températures sont prévus pour la caractérisation du comportement du matériau A42. Des essais de traction-compression permettront de mieux observer et comprendre les mécanismes de vieillissement mis en jeu dans notre matériau. Enfin des essais plus originaux viseront à mieux comprendre le phénomène de vieillissement statique au sein de notre matériau à travers des essais vibratoires de types « désancrage » pour tenter de « rajeunir » le matériau.

Dans la troisième partie (chapitre 4), une étude numérique sera réalisée avec une loi élasto-plastique phénoménologique capable de simuler les bandes de Lüders dans le cas

---

des aciers au carbone manganèse. La généralisation de la démarche aux autres classes de matériaux sensibles au phénomène de vieillissement statique sous déformation peut être également traitée. La procédure pourra être validée par une approche plus quantitative de la déformation plastique locale dans les bandes de localisation à l'aide de mesures de champs cinématiques ou de mesures de température. On mettra en évidence, à travers une étude sur le type de maillage utilisé, une dépendance forte des résultats vis-à-vis du maillage utilisé. Un modèle de microplasticité à gradient de déformation a été mis en place pour remédier à ce problème.

Les essais expérimentaux (chapitre 5) liés à la description du comportement à la rupture sont décrits dans la partie suivante. Le but est de constituer une base de données riche pour tracer les courbes de transition ductile–fragile de résilience. Ces courbes de transition sont élaborées pour trois conditions différentes du matériau. Toujours dans le but de quantifier et d'observer l'influence du vieillissement statique sur la transition du matériau, ce dernier est testé dans un état frais de réception (ER) puis écroui à 5% de déformation et enfin écroui à 5% et vieilli.

La dernière partie (chapitre 6) est consacrée à la simulation de la rupture fragile pour prédire la transition ductile–fragile du matériau A42 avec la prise en compte du vieillissement statique. En lien étroit avec les essais expérimentaux à la rupture, la modélisation de ces essais rend compte des effets observés expérimentalement et est capable de prédire le bas des courbes de transition pour les trois conditions énumérées précédemment.

## Contexte Industriel

---

Une centrale nucléaire de type REP (Réacteur à Eau Pressurisée) se divise en trois sous-parties nommées : circuit primaire, circuit secondaire et circuit de refroidissement, figure 1.1.

Le circuit primaire est un circuit fermé, isolé du reste de la tranche et confiné dans une enceinte en béton. Ce circuit inclut la cuve avec le cœur du réacteur où a lieu la fission nucléaire. Sa pression de fonctionnement est de l'ordre de 155 bars et la température de l'eau entrant dans la cuve est de 286°C et en sortie de 323°C.

Le circuit secondaire et le circuit primaire échangent par l'intermédiaire du générateur de vapeur (GV) mais sont tous les deux totalement indépendants. La température du circuit secondaire en sortie du GV est de 287°C pour une pression de 71 bars. Après passage par la turbine, la température en entrée du GV s'élève à 230°C. Afin de garantir le refroidissement du cœur du réacteur, différents circuits de secours ont été mis en place dont le circuit ASG, d'Alimentation de Secours des Générateurs de vapeur. Ce circuit peut fonctionner à des températures relativement basses (aux alentours de 7°C). Or, les aciers au C-Mn qui sont utilisés pour ces tuyauteries sont sensibles au vieillissement sous déformation qui induit un décalage de leur transition ductile–fragile vers les hautes températures. Ainsi le risque de rupture brutale des tuyauteries ASG doit être étudié. À cet effet, il est nécessaire de maîtriser les caractéristiques mécaniques des matériaux et donc l'influence du vieillissement sous déformation sur leur transition ductile–fragile.

Le circuit de refroidissement permet de condenser la vapeur d'eau. Il existe deux modes de refroidissement. Le circuit ouvert pompe de l'eau soit en mer ou en rivière, alors que le circuit fermé fonctionne avec un aéroréfrigérant.

Les descriptions et l'identification de ces températures de fonctionnement et de pression de services sont utiles pour mieux identifier les cas où la température de transition est susceptible d'être atteinte. Le décalage de la transition ductile–fragile peut se quantifier

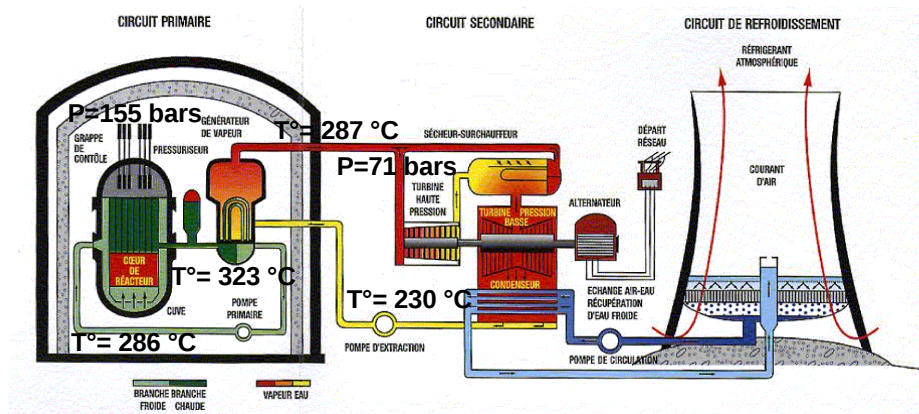


FIG. 1.1 – Schéma de principe d'une centrale nucléaire à réacteur à eau pressurisée, REP.

à une vingtaine de degrés entre un acier à l'état de réception et un acier écroui à 5% de déformation et vieilli 30min à  $250^\circ\text{C}$  [Houssin et al., 1980]. On peut noter que cette problématique de l'influence du vieillissement sous déformation sur la transition ductile–fragile peut également concerner l'acier faiblement allié de la cuve du réacteur. En effet, du fait de l'irradiation neutronique, la température de transition ductile–fragile de l'acier de cuve augmente au cours du fonctionnement. Durant certains transitoires accidentels, la cuve peut être alors sollicitée dans le domaine de la transition ductile–fragile.

## 2.1 Vieillissement statique et bandes de Lüders

---

### 2.1.1 Introduction

Depuis les premières observations d'instabilités plastiques découvertes en 1842 par Piobert [Piobert, 1842] puis en 1860 par Lüders [Lüders, 1860], le vieillissement par la déformation des métaux et des alliages est un sujet de recherche mêlant métallurgie physique et mécanique des milieux continus. De nombreuses études ont été effectuées sur ce sujet en cherchant à comprendre les mécanismes du phénomène et ses conséquences mécaniques sur les matériaux. Étant donné la complexité de ce phénomène et la documentation considérable le concernant, cette étude bibliographique a pour objectif de présenter les éléments fondamentaux du phénomène de vieillissement sous déformation des métaux et des alliages d'une manière synthétique.

La déformation plastique des solides cristallins a été très tôt reconnue comme hétérogène. Elle se produit généralement par formation et croissance de bandes de glissement. La distribution statistique des divers systèmes de glissement possibles, leur déclenchement erratique dans un même cristal, et l'orientation au hasard des nombreux grains du corps d'une éprouvette, font que la déformation macroscopique observée reste généralement homogène lors d'un essai de traction sur éprouvette lisse. Cependant, il existe des matériaux dans lesquels la déformation plastique apparaît hétérogène [Piobert, 1842, Lüders, 1860, Le Chatelier, 1909, Portevin and Le Chatelier, 1923] à l'échelle macroscopique. Les courbes de traction présentent des instabilités telles que des décrochements répétés et toute la vitesse de déformation semble confinée, à un instant donné, dans une bande de matière de quelques millimètres de largeur au plus, inclinée à 50° ou 60° par rapport à l'axe de sollicitation et se déplaçant le long du fût de l'éprouvette quand la déformation se poursuit. Ces phénomènes sont liés au vieillissement par la déformation [Cottrell, 1953, Baird, 1963].

### 2.1.2 Observations à l'échelle macroscopique

On met aisément en évidence les instabilités de déformation plastique sur les courbes de traction uniaxiale contrainte-déformation des métaux purs et alliages. Les premières observations d'instabilités plastiques sont décrites par [Piobert, 1842] puis par [Lüders, 1860], d'où le nom de bandes de Piobert-Lüders. En présence de vieillissement statique, la courbe de traction simple peut présenter une chute brutale de la contrainte au-delà de la limite d'élasticité dite supérieure (« upper yield point ») suivie d'un palier de déformation à contrainte constante (dite « lower yield stress »). Ce palier de déformation est marqué par des décrochements successifs, il correspond au passage d'une bande appelée bande de Lüders dans l'éprouvette. Ce phénomène s'observe couramment à température ambiante

sur les aciers doux à faible teneur en carbone et azote. La figure 2.1 présente une courbe typique de traction d'un matériau sensible au vieillissement statique.

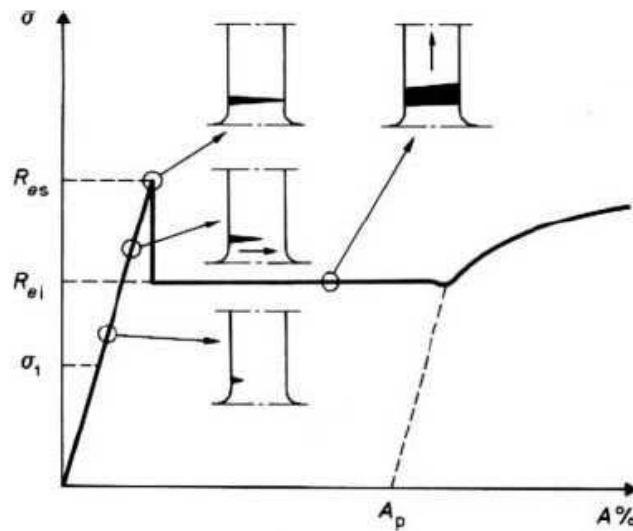


FIG. 2.1 – Schéma de la propagation des bandes de Piobert-Lüders dans un acier doux [Grumbach, 1993].

D'un point de vue macroscopique, la bande de Lüders n'est en fait pas une bande unique, mais un réseau de bandes, avec souvent une bande maître et une multitude de petites bandes autour qui naissent puis meurent, en tentant d'équilibrer la perte d'axialité par rapport au déplacement imposé, comme illustré sur la figure 2.2.

Très tôt, [Nadai, 1931] étudie la propagation de bandes de Lüders sur des éprouvettes d'aciers doux en traction et en compression et propose une interprétation originale. Il observe sur des éprouvettes polies éclairées en lumière rasante des bandes orientées à  $47^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation dès le début de l'écoulement plastique. Il relie directement cette observation à la contrainte d'écoulement anormalement élevée pour ces températures d'essai. Il interprète ces résultats par une théorie originale : il pense qu'une sorte de « phase rigide » constituée d'une phase dure (la cémentite) se forme autour des grains plus mous de ferrite. Il faut alors apporter une charge plus importante pour briser cette « coquille », d'où l'observation d'une limite d'élasticité surélevée. La rupture de cette coquille provoquerait alors une « avalanche » de déformations dans la ferrite, qui se traduirait par les bandes de Lüders. Bien que cette interprétation ne soit pas tout à fait correcte, Nadai avait déjà introduit en 1931 l'idée d'une limite d'élasticité basse (selon lui celle de la ferrite) et d'une contrainte d'ancrage (due à la coquille de cémentite), ainsi que la notion du passage brutal d'un état ancré à un état désancré, qui est à l'origine des bandes de localisation. Depuis, les bandes de Lüders ont été clairement attribuées au phénomène de vieillissement statique dû à une interaction solutés-dislocations [Friedel, 1964, Jaoul, 1964].

### 2.1.3 Problème de la limite d'élasticité

L'analyse de [Baird, 1963] soulève par ailleurs la question de la mesure de la limite d'élasticité d'un matériau. En effet, pour un acier qui présente un palier de Lüders en traction à l'ambiante, on mesure habituellement  $R_{es}$  (upper Yield Stress), qui correspond à la contrainte du pic, et  $R_{ei}$  (lower Yield Stress), qui correspond à la contrainte du plateau [Grumbach, 1993]. Malgré leur utilisation fréquente dans l'industrie, ces deux valeurs ne

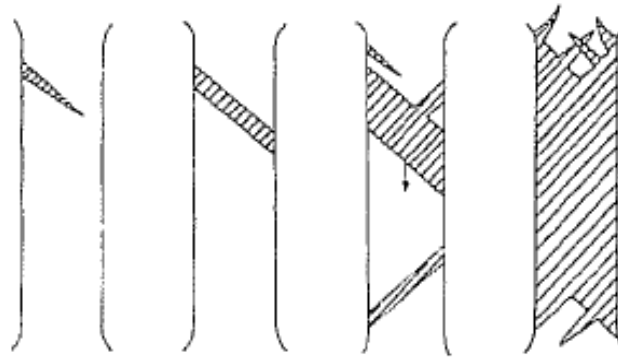


FIG. 2.2 – Schéma du développement des bandes de Lüders [Jaoul, 1964].

représentent pas la limite d'élasticité intrinsèque du matériau, si l'on se réfère au schéma de la figure 2.5. Dans sa thèse, [Soler, 1998] analyse plus finement le crochet avant le palier (voir figure 2.3). Il en déduit que la contrainte nécessaire au départ de la bande ( $\sigma_E$ ) est inférieure à la contrainte réelle de déblocage ( $\sigma_D$ ) à cause d'un facteur de concentration de contrainte  $k$  ( $\sigma_D = k \cdot \sigma_E$ ). Cela explique le fait que la bande peut s'amorcer souvent dans un congé de l'éprouvette mais ce n'est pas toujours le cas comme le montre [Soler, 1998] et comme nous le verrons par la suite dans le chapitre 3. Ensuite, la contrainte continue d'augmenter jusqu'à  $\sigma_{eH}$  le temps que la bande se développe. À un moment critique (point A sur la figure 2.3), le volume déformé devient suffisant pour provoquer la relaxation de la charge. Cette étude montre une fois de plus que le pic de contrainte mesuré ( $\sigma_{eH}$ ) ne correspond pas à la limite d'élasticité intrinsèque du matériau. Soler souligne également le fait que l'on ne peut pas accéder expérimentalement à la contrainte d'ancrage ( $\sigma_D$ ).

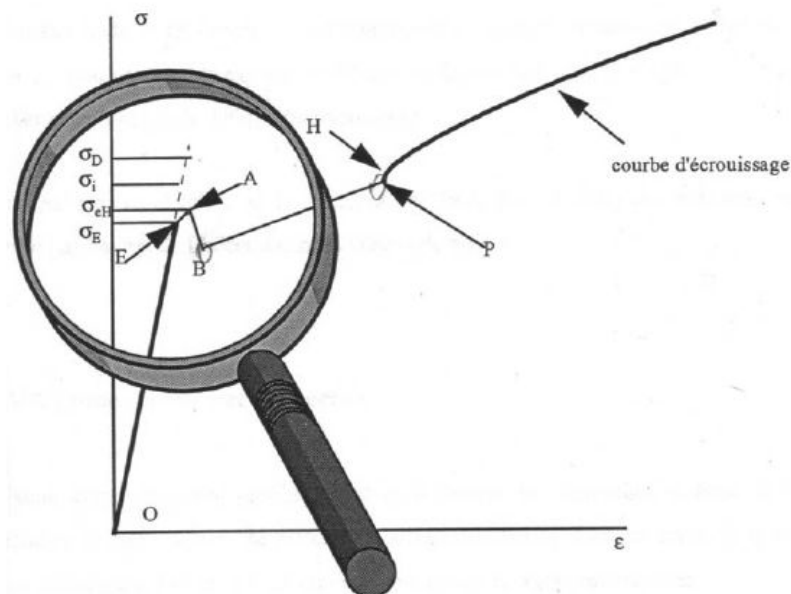


FIG. 2.3 – Schéma de la courbe rationnelle de traction [Soler, 1998].



### 2.1.4 Origine et mécanismes physiques

Le phénomène de vieillissement par la déformation est un phénomène commun dans les alliages contenant des solutés qui ségrégent autour des dislocations. D'après [Baird, 1963], il existe deux types de vieillissements par la déformation : le vieillissement statique qui a lieu après une déformation plastique préalable et s'observe lorsque l'on sollicite à nouveau le matériau vieilli, et le vieillissement dynamique où le vieillissement est tellement rapide que le phénomène apparaît au cours de la déformation dit « sous déformation ». Le matériau vieilli se définit comme un matériau qui a subi un couple temps-température suffisamment long et important pour faire ségréger les solutés sur les dislocations. Nous nous intéresserons ici exclusivement au cas de vieillissement statique lié au sujet abordé dans la thèse.

Le vieillissement statique (ou dynamique) ne se manifeste que si certaines conditions de température, de vitesse de déformation (temps) et de composition chimique sont réunies. Ces phénomènes de vieillissement sont dus à des interactions entre les dislocations mobiles et la présence d'atomes en solution solide interstitielle ou substitutionnelle. Quelques « ppms » d'atomes de soluté suffisent pour mettre en jeu de tels mécanismes. Le mécanisme de base, pour le vieillissement statique comme pour le vieillissement dynamique, repose sur l'ancrage des dislocations par les solutés. Ce mécanisme est donc régi par les lois de la diffusion des solutés, de type loi d'Arrhenius, c'est pourquoi on observe une dépendance en temps et en température. Si le matériau présente une certaine densité initiale de dislocations, avec un temps suffisant, les atomes de soluté diffusent vers ces dislocations en provoquant leur « ancrage », figure 2.4. Leur remise en mouvement lors d'une prochaine sollicitation va alors être perturbée par cet ancrage, entraînant ainsi des changements de propriétés mécaniques et des instabilités de déformation plastique tels que le crochet de traction suivi du palier de Lüders.

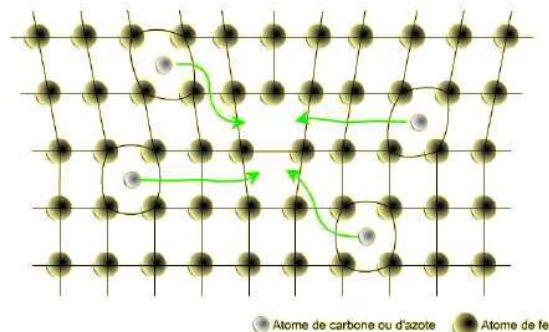


FIG. 2.4 – Diffusion des atomes de carbone ou d'azote vers les dislocations.

L'ancrage des dislocations et les mécanismes de vieillissement statique sont explicités dans la théorie des dislocations de [Cottrell and Bilby, 1949], rapportés par [Friedel, 1964]. Avec un temps de vieillissement suffisamment long, les atomes en solution libre dans le réseau, principalement le carbone et l'azote dans les aciers doux, diffusent vers les dislocations. Ces « nuages » de solutés provoquent l'ancrage des dislocations. [Hahn, 1962] propose un modèle qui reprend la théorie de Cottrell appliquée aux aciers doux : il vérifie en effet les caractéristiques du crochet de traction. [Baird, 1963] interprète alors la forme de la courbe macroscopique de traction comme étant la somme d'une courbe « non-ancrée » ayant une limite d'élasticité basse et un écrouissage ordinaire ainsi que la contribution due au vieillissement. Cette contribution se traduit par l'apport d'une contrainte supplémentaire pour remettre en mouvement les dislocations bloquées par les nuages de Cottrell. Après avoir atteint la contrainte nécessaire au désancrage, l'écoulement plastique devient hétérogène

et se localise dans une bande de Lüders qui traverse la section de l'éprouvette. Cette bande contient la quantité de déformation nécessaire pour rejoindre la courbe d'écrouissage du matériau non ancré. Le passage progressif de la bande dans toute l'éprouvette correspond au désancrage successif de toutes des dislocations situées sur son passage. Le passage d'une dislocation à une bande nécessite un effet d'avalanche à une échelle mésoscopique. Une dislocation qui se désancre seule n'aura pas de conséquence à un niveau macroscopique. Les interprétations de Baird sur l'ancrage et le vieillissement statique sont illustrées par le schéma de la figure 2.5.

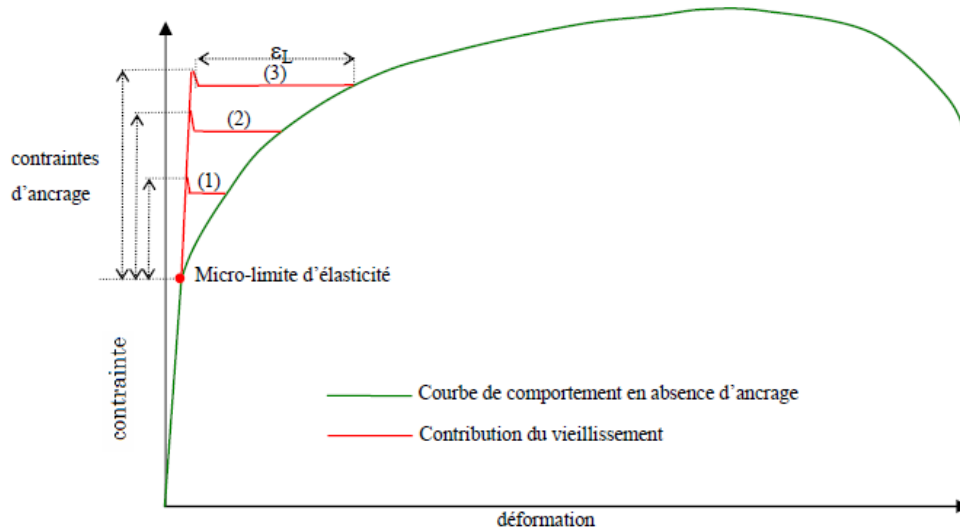


FIG. 2.5 – Relations entre ancrage des dislocations et palier de Lüders, d'après [Baird, 1963]. (1) matériau peu vieilli – (3) matériau très vieilli [Belotteau, 2009].

La longueur du palier est donc égale à la déformation contenue dans la bande,  $\varepsilon_L$ . L'amplitude du pic est liée à l'intensité de l'ancrage : plus le matériau est vieilli, plus la contrainte d'ancrage est élevée.

### 2.1.5 Aspect polycristallin et front de bande

#### Microstructure : taille de grains

Il a aussi été observé des dépendances à d'autres facteurs n'étant pas directement liés à l'interaction dislocation solutés, tels que la taille de grains. On sait que la taille de grains influe sur l'écrouissage et peut par conséquent avoir une répercussion sur les mécanismes de vieillissement et sur le palier de Lüders [Jaoul, 1964]. Un exemple de dépendance à la taille de grains est donné en figure 2.6. La taille des grains a un effet primordial sur les caractéristiques du palier. Les résultats de la figure 2.7 montrent clairement l'évolution des caractéristiques du palier en fonction de la taille de grains et de la température [Dingley and McLean, 1967]. À l'ambiante, les courbes mettent en évidence l'effet de taille de grains sur la longueur du palier et le pic de Lüders qui augmentent nettement avec la diminution de la taille de grains. À noter que pour de très grandes tailles de grains, le palier tend à disparaître complètement.

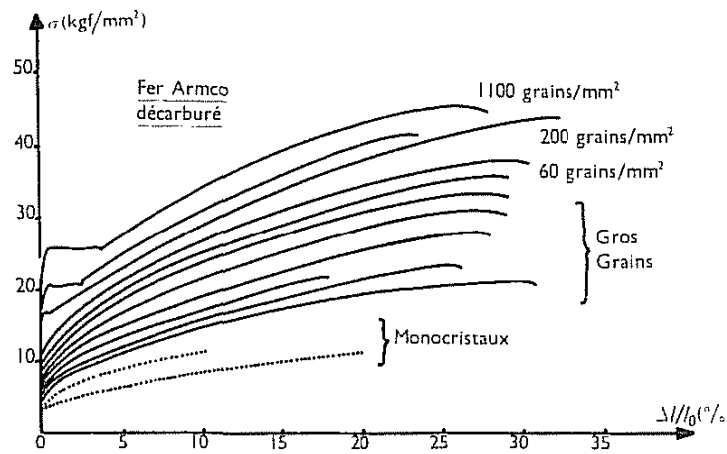


FIG. 2.6 – Courbes de traction d'échantillons de fer Armco décarburé de diverses grosseurs de grain à température ambiante [Jaoul, 1964].

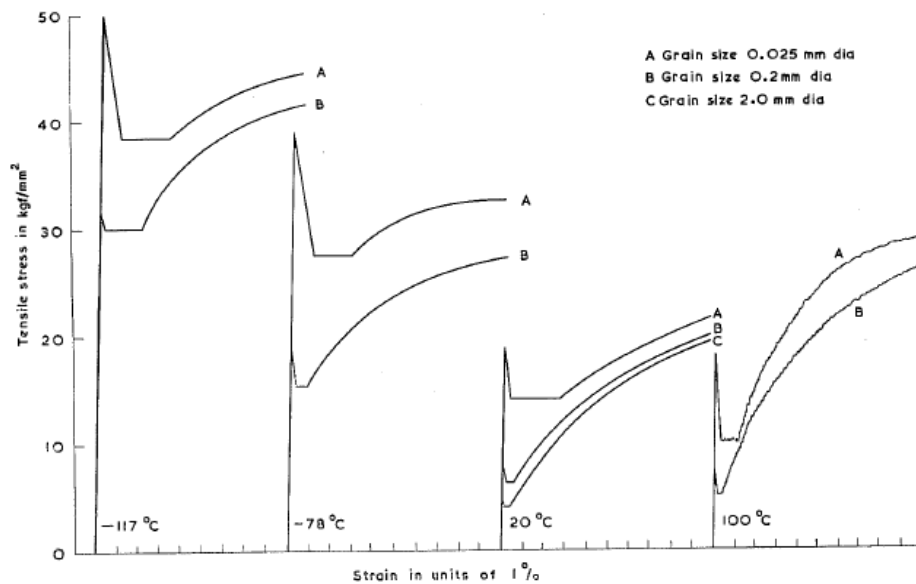


FIG. 2.7 – Courbes de traction montrant l'effet combiné température-taille de grains pour un fer pur (pureté : 99.97% ; impuretés interstitielles : 0.004 at. % carbone et 0.003 at. % d'azote) [Dingley and McLean, 1967].

## Front de Bande

D'un point de vue mécanique, la déformation plastique à l'interface d'une bande de Lüders a été décrite soit par un mécanisme de cisaillement qui induit une interface plane soit par l'addition de marches de déformation qui se propagent le long de l'interface. Dans une bande de Lüders, la zone qui se déforme se divise en deux sections. On peut le voir sur la figure 2.10 : une zone où le glissement est initié par un adoucissement catastrophique ([Hähner and Kubin, 1992] l'appelle le front de la bande) suivie d'une autre zone qui est caractérisée par un durcissement graduel par écrouissage ([Hähner and Kubin, 1992] l'appelle la queue de la bande) qui aboutit à un état de contrainte constante qui amène la déformation de la zone à la valeur de la déformation de Lüders ( $\varepsilon_{LB}$ ).

L'acier polycristallin exhibe en général un pic de traction supérieur au monocristal. Ceci a été expliqué par le fait que les joints de grains bloquent les dislocations. Dans un monocristal, il suffit de plastifier une zone alors que dans le cas du polycristal, l'instabilité doit se produire dans plusieurs grains. Le mécanisme de création et de propagation d'une bande de Lüders dans un polycristal se manifeste par une propagation de la bande grain à grain.

Intéressons-nous au front d'une bande de déformation. Sur la figure 2.8, [Wilson, 1968] met en évidence par une attaque électro chimique la distribution des dislocations au niveau d'un front de bande de Lüders. On remarque nettement deux zones, avec des grains déformés plastiquement et d'autres toujours élastiques, ce qui tend à faire penser que la propagation du front de bande se fait par saut grain par grain. Les joints de grain pourraient agir comme des freins au déplacement du front et seraient directement responsables de la longueur du palier par l'intermédiaire de la vitesse de propagation des bandes de grain à grain. [Fujita and Miyazaki, 1978] l'ont particulièrement bien illustré schématiquement à travers la figure 2.9 (il n'y a pas d'observations micrographiques qui confirment la validité de ce scénario). L'initiation de la bande se fera dans une zone de concentration de contraintes et dans un grain particulièrement bien orienté (noté A0 sur la figure 2.9a). En raison de la compatibilité des déformations, celui-ci va créer une zone affectée dans laquelle les grains vont se plastifier.



FIG. 2.8 – Attaque au voisinage d'un front de bandes de Lüders sur un acier non calmé partiellement décarburé, par trempe à 620°C et déformé en traction à température ambiante et vieilli à 100°C [Wilson, 1968]. Sites des dislocations en présence d'un front de bande de Lüders, grains déformés par la bande de Lüders (en grisé).

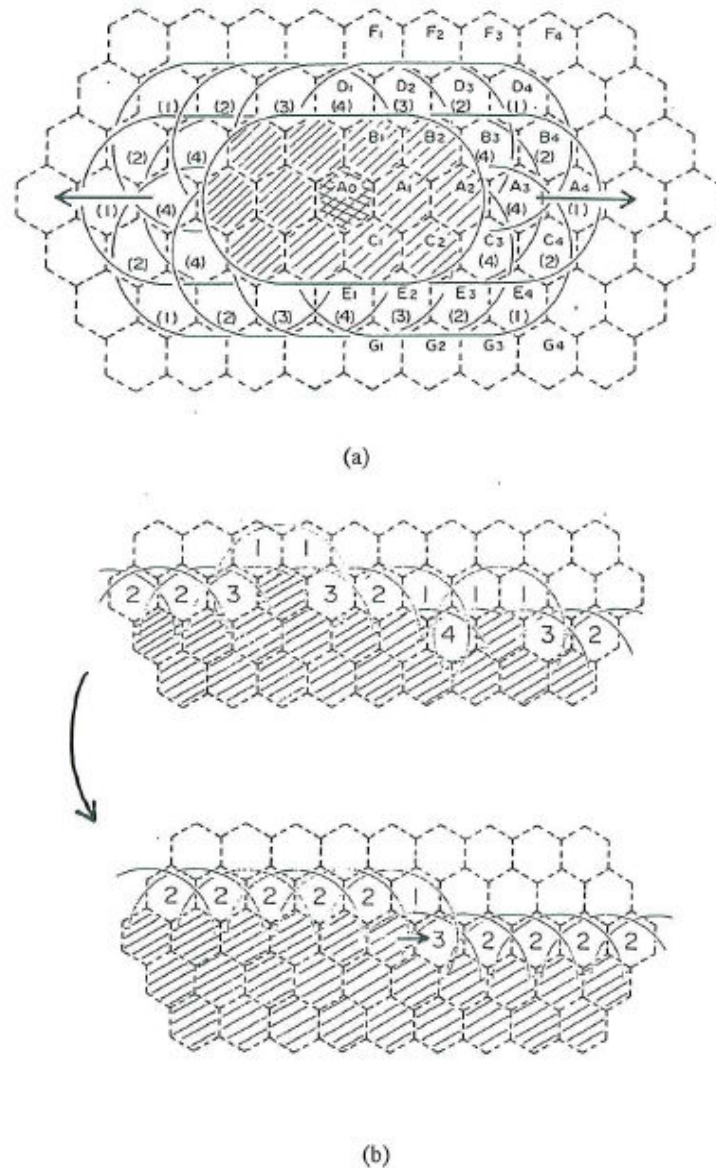


FIG. 2.9 – (a) Processus de germination de la structure de la bande de Lüders pour la limite élastique supérieure. Les valeurs encadrées, dans certains grains, correspondent au nombre de zones affectées qui agissent sur le grain. (b) Processus de propagation du front de la bande de Lüders. [Fujita and Miyazaki, 1978].

L'observation de la propagation de la bande permet de bien comprendre le paradoxe de l'effet de taille de grains. En effet, d'un point de vue métallurgique, une petite taille de grains entraîne la présence de nombreux joints de grains où le carbone en solution va s'accumuler. Le carbone disponible pour piéger les dislocations sera donc plus rare. L'effet du vieillissement devrait donc être plus faible pour des petites tailles de grains. En réalité, c'est le point de vue mécanique de la bande qui est du premier ordre et qui régit le phénomène. Une petite taille de grains freine considérablement la propagation de la bande,

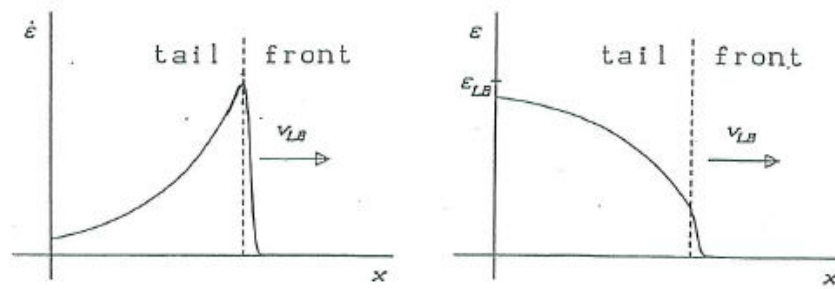


FIG. 2.10 – Profils schématiques de vitesse de déformation et de déformation au front et en queue d’une bande de Lüders. [Hähner and Kubin, 1992].

ce qui nécessite une forte contrainte pour qu’elle se propage et donc un niveau de palier élevé.

### 2.1.6 Mesures de champs

L’étude locale des bandes de déformation permet d’obtenir l’intensité de la déformation portée par la bande, leur vitesse de déplacement et de déformation. On peut alors relier ces mesures locales aux aspects macroscopiques apparaissant sur la courbe de traction. Cette étude locale est réalisée soit indirectement par la mesure de la dissipation mécanique sous forme de chaleur, soit directement par la corrélation d’images. Ces études sont réalisées à température ambiante sur de l’acier.

#### Mesure de champ de température

La déformation plastique est accompagnée par la dissipation d’énergie mécanique sous forme de chaleur. Ainsi, à l’aide d’une caméra infrarouge, [Louche and Chrysochoos, 2001] ont effectué une étude sur les bandes de Lüders pendant des essais de traction simple à déplacement imposé sur des éprouvettes plates d’un acier S355MC. En mettant en parallèle les échauffements obtenus, l’axe longitudinal de l’éprouvette et la courbe de traction fonction du temps, ils ont associé la bande de localisation aux instabilités sur la courbe afin de suivre le parcours de la bande. Dans l’exemple de la figure 2.11, on observe dans le palier de Lüders que la bande s’amorce dans le bas de l’éprouvette pour terminer dans la partie supérieure. Ils ont mis en évidence des sources de chaleur (dissipation) liées aux bandes de Lüders et ces sources de chaleur prennent une forme de vague se propageant le long de l’éprouvette à une vitesse constante, figure 2.12.

#### Méthode de corrélation d’images (DIC)

La méthode de corrélation d’images (Digital Image Correlation) est une méthode de mesure de déformation sans contact. On peut obtenir le champ de déformation d’une éprouvette en traitant deux images qui sont prises à différents stades de la déformation.

Dans les travaux de [Wattrisse et al., 2001], les caractéristiques du champ de déformations d’une bande de Lüders en train de se propager ont été étudiées à l’aide de la méthode de corrélation d’image (DIC). Cette étude a été menée pendant un essai de traction sur une plaque d’un acier SOLDUR 355 à température ambiante.

La figure 2.13 montre que deux bandes apparaissent tandis que la structure est encore dans un état de chargement élastique. Elles se forment en haut et en bas à gauche de



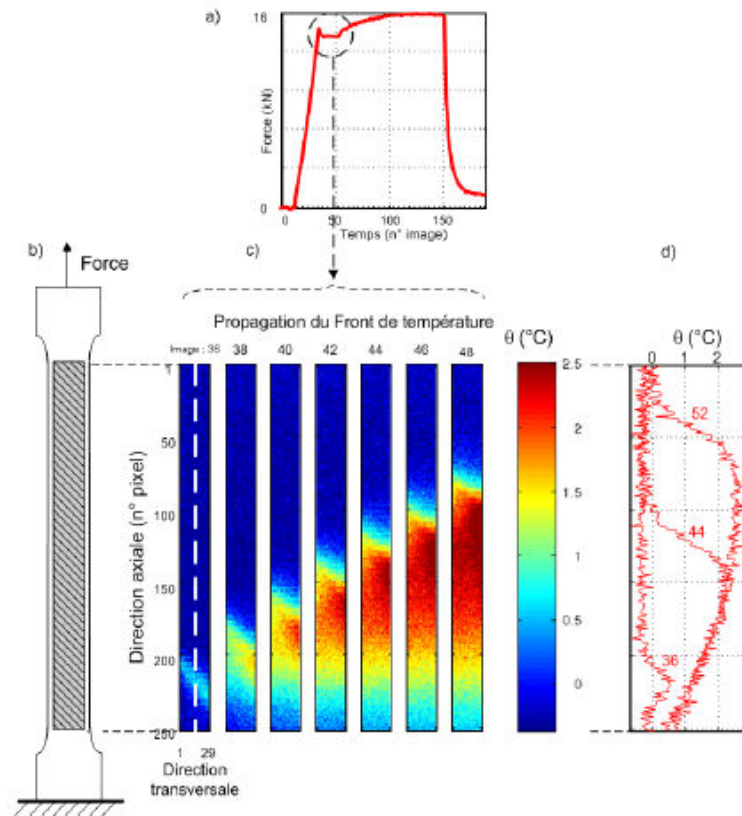


FIG. 2.11 – a) Évolution de la force au cours du temps. b) Schéma de l'éprouvette de traction situant la zone fixe où sont présentés les champs de température. c) Champs de variations de température  $\theta$  montrant, à différents instants d'acquisition, la propagation d'un front de température à travers l'éprouvette. d) Profils axiaux, à différents instants du palier plastique (images 36, 44 et 52), de variations de température mesurés lors de la propagation d'une bande de Lüders [Louche and Chrysochoos, 2001].

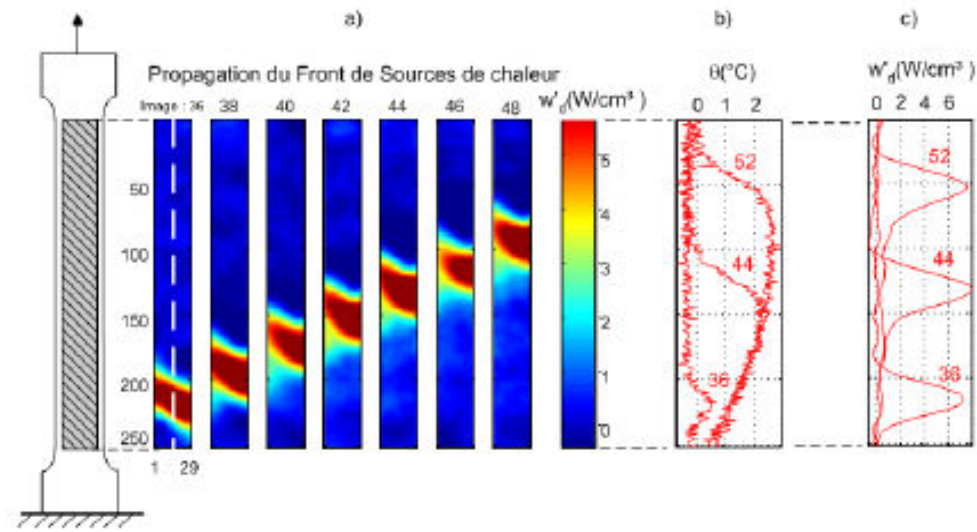


FIG. 2.12 – Schéma de l'éprouvette de traction situant la zone fixe où sont calculés les champs de sources de chaleur. a) Champs de sources de chaleur montrant, à différents instants d'acquisition, la propagation d'une vague dissipative à travers l'éprouvette. b) Profils axiaux, à différents instants du palier plastique (images 36, 44 et 52), de variations de température mesurées lors de la propagation d'une bande de Lüders. c) Profils axiaux de sources de chaleur aux mêmes instants [Louche and Chrysochoos, 2001].

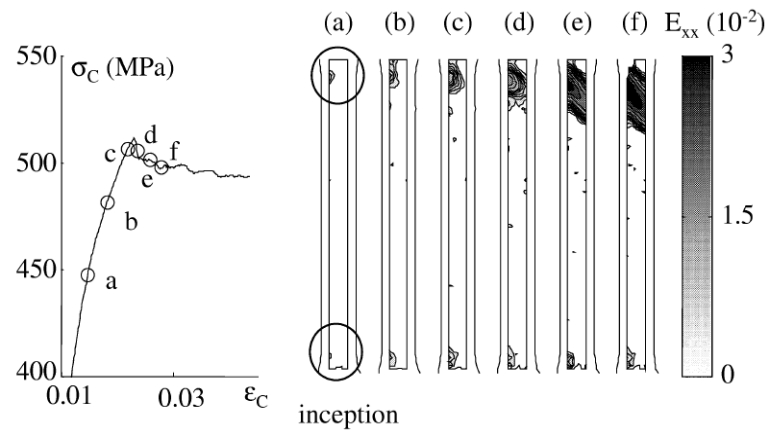


FIG. 2.13 – Propagation transversale de deux bandes de Lüders : répartition de la déformation Lagrangienne axiale  $E_{XX}$  pour différents états de chargement pendant un essai de traction sur une plaque d'acier SOLDUR 355 à température ambiante [Wattrisse et al., 2001].



l'éprouvette et envahissent progressivement la pleine largeur. La bande supérieure se développe plus rapidement alors que la bande inférieure arrête de se propager. Une fois que la bande en haut a traversé toute la largeur de l'éprouvette, elle commence à se propager suivant l'axe de traction. Les zones en dehors de la bande de Lüders ont une vitesse de déformation approximativement nulle et la bande se propage à une vitesse constante le long de l'axe de l'éprouvette, figure 2.14. On constate que le cisaillement reste négligeable, ce qui signifie que l'éprouvette reste dans un état de traction pure. Il est possible, d'après les travaux de [Wenman and Chard-Tuckey, 2010], d'observer par la méthode de corrélation d'image (DIC) la déformation totale au sein de l'éprouvette au cours d'un essai de traction. La figure 2.15 démontre la possibilité de quantifier la cinétique de propagation des bandes de Lüders et le niveau de déformation embarqué.

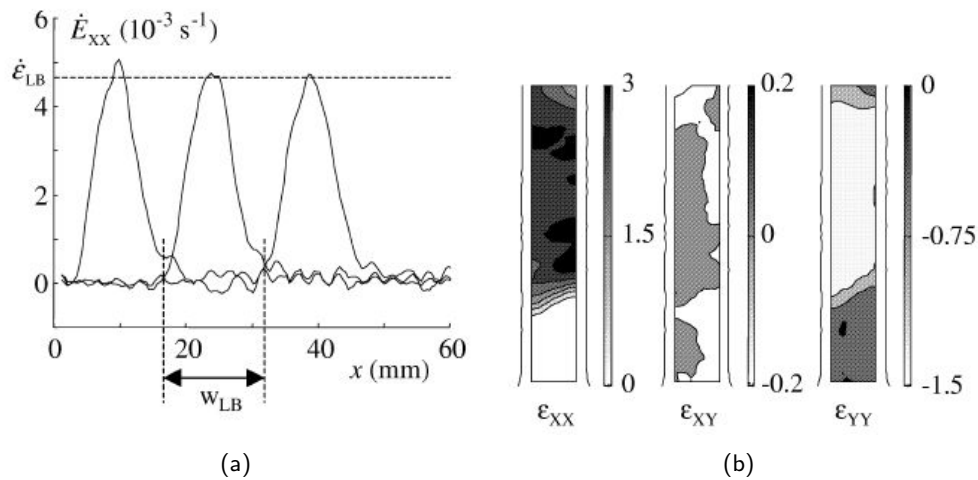


FIG. 2.14 – (a) Profils longitudinaux de la vitesse de déformation de la bande,  $\dot{\epsilon}_{xx}$  (b) Composantes  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{xy}$ ,  $\epsilon_{yy}$  du tenseur de déformation de Hencky [Wattrisse et al., 2001].

### 2.1.7 Influence de différents paramètres

Le crochet et palier de Lüders varient sous l'influence de différents paramètres. On remarque que tous ces paramètres sont liés aux mécanismes de vieillissement responsables des instabilités. Une synthèse non exhaustive est présentée ci-après.

#### Mode de pilotage de l'essai de traction

La plus grande différence de forme de palier s'obtient lorsque l'on effectue l'essai de traction non plus en condition de déformation imposée mais en condition de force imposée [Nadai, 1931]. La contrainte du plateau correspond alors à la contrainte maximale atteinte et on n'observe pas de décrochement sur la courbe. La figure 2.16 illustre parfaitement cette différence observée sur des courbes macroscopiques en contrainte-déformation issues d'essais de traction monotone.

#### Éléments d'alliages

Le phénomène de vieillissement est régi par la quantité de carbone ou d'azote en solution solide présent et par sa cinétique de ségrégation. Cette quantité de carbone en solution solide dépend fortement des éléments d'alliages présents. On distingue deux types d'éléments :

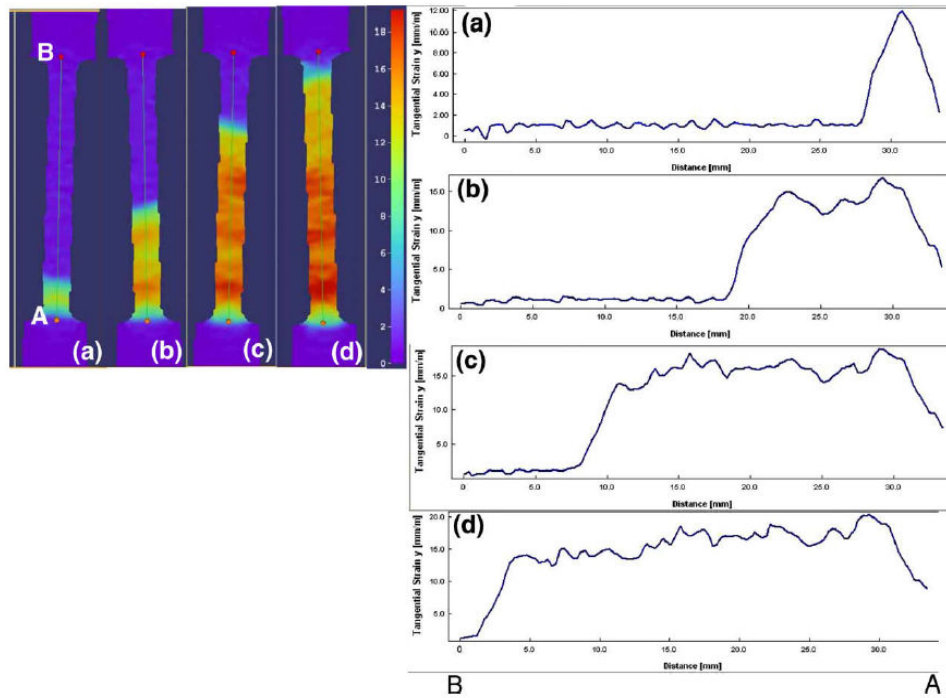


FIG. 2.15 – (a-d) Profils de déformation selon une ligne verticale au centre de l'éprouvette (A-B) [Wenman and Chard-Tuckey, 2010].

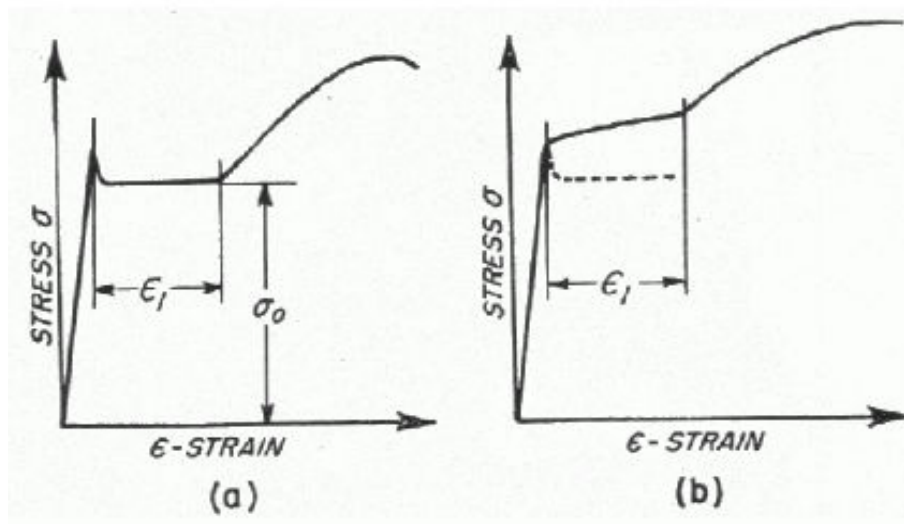


FIG. 2.16 – Deux formes de paliers pour deux modes de pilotage pour le même acier doux. (a) : déplacement imposé, (b) : force imposée [Nadai, 1931].

ceux qui sont en insertion dans la ferrite (azote et carbone) qui peuvent diffuser et bloquer les dislocations et ceux qui peuvent affecter la concentration ou la mobilité de ces mêmes éléments.

Il suffit de très faibles quantités de carbone pour l'apparition du vieillissement. Pour les faibles teneurs de carbone, les bandes de Lüders sont plus importantes. Par contre si la teneur en carbone est trop importante, la présence de perlite gêne les glissements et le phénomène disparaît pour des concentrations de l'ordre de 0.5 % de carbone [Jaoul, 1964] (voir figure 2.17).

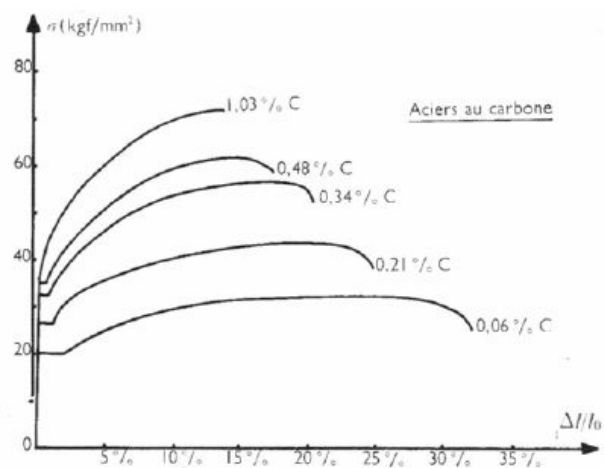


FIG. 2.17 – Courbes de traction d'éprouvettes d'aciers ordinaires à diverses teneurs en carbone à température ambiante [Winlock, 1953].

Compte tenu des différences de solubilité, le carbone précipitera beaucoup plus facilement sous forme de carbure de fer stable [Frund, 2006]. Le titane est souvent introduit afin de piéger l'azote et d'éviter le vieillissement à température ambiante. Mais si celui-ci se trouve être en excès, il va former des carbures et le carbone en solution solide disponible sera moindre. L'effet des éléments pouvant former des nitrures, des carbures et/ou des carbonitrides est primordial pour le vieillissement, si le traitement thermique en permet la précipitation. En effet, on aura la réduction de la teneur en azote et carbone libre et ainsi la réduction de l'intensité du vieillissement. Des éléments comme l'aluminium et le silicium mais aussi le vanadium, le niobium, diminuent la sensibilité au vieillissement et empêchent de piéger les dislocations [Frund, 2006]. On réduit notablement le vieillissement en pratiquant un calmage à l'aluminium qui, par la formation de nitrure d'aluminium stable, diminue la concentration en azote libre. La sensibilité des aciers au vieillissement après déformation est réduite lorsqu'il s'agit d'un acier calmé, dans lequel on introduit des éléments tels que le silicium et l'aluminium qui piègent l'azote libre sous forme de nitrures afin que la teneur en azote tombe en dessous de 0.001 %. Les teneurs minimales d'aluminium garantissant l'absence de vieillissement et de pic sont de 0.040 % pour les aciers normalisés et de 0.020 % pour les aciers normalisés et détensionnés (les teneurs en aluminium doivent être limitées pour éviter des problèmes de formage liés à la baisse de ductilité de l'acier) [Jaoul, 1964]. Le manganèse est un élément substitutionnel qui modifie la mobilité des interstitiels et la durée du vieillissement. La figure 2.18 montre que la présence de 3 % de silicium augmente fortement la limite d'élasticité et ne permet que le développement d'un palier relativement court (autour de 2 %).

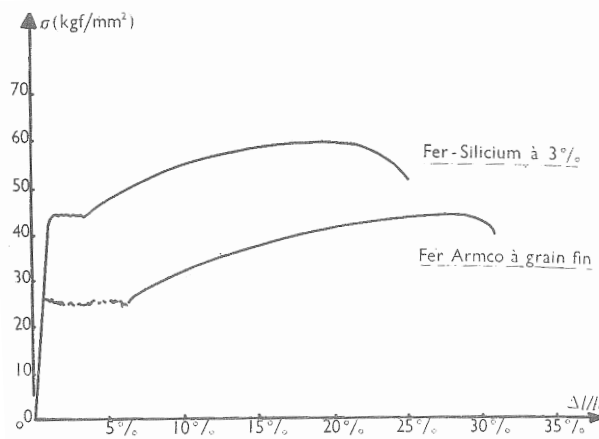


FIG. 2.18 – Effet d'une teneur de 3 % en silicium sur la courbe de traction du fer à température ambiante (la teneur en impuretés étant à peu près les mêmes dans les deux cas) [Jaoul, 1964].

### Calcul de saturation d'une ligne de dislocations par des atomes de solutés en sur-saturation

L'objectif ici est de calculer la teneur en soluté nécessaire pour un acier standard pour saturer une ligne de dislocations. On sait que le vieillissement sous déformation est gouverné par cette teneur en soluté.

Les paramètres cristallins sont nécessaires tels que le paramètre de maille cubique centrée pour le fer,  $a = 2.88 \text{ \AA}$ . Le volume atomique pour une maille cubique centrée est calculé à partir du nombre d'atomes présent dans la maille CC qui a une maille conventionnelle égale à 2 atomes et du volume d'un atome de fer  $R$  (140 pm), on peut en déduire à partir de :

$$\frac{8}{3}\pi R^3 \quad (2.1)$$

un volume atomique égal à  $v_a = 22.98 \text{ \AA}^3$ .

La densité moyenne de dislocations pour le matériau de l'étude est de l'ordre de  $10^{13} \text{ m/m}^3$  soit 10 dislocations par  $\mu\text{m}^2$ . On fait l'hypothèse de saturation de la dislocation quand il y a un atome de soluté par site atomique. Le calcul du nombre d'atomes de soluté par mètre de dislocation est donné par :

$$\frac{10^{10} \text{ \AA}}{2.88 \text{ \AA}} = 3.47 \times 10^9 \text{ atomes/m} \quad (2.2)$$

Le nombre d'atomes de soluté par mètre de dislocation est égal à  $3.47 \times 10^9 \text{ atomes/m}$ .

Le nombre d'atomes de solutés par  $\text{m}^3$  de dislocation pour une densité de dislocations de  $10^{13} \text{ m/m}^3$  est donc de  $3.47 \times 10^{22} \text{ atomes de soluté/m}^3$ . Le nombre d'atomes de Fer/ $\text{m}^3$  est donné par :

$$\frac{10^{30} \text{ \AA}^3}{22.98 \text{ \AA}^3} = 4.35 \times 10^{28} / \text{m}^3 \quad (2.3)$$

La teneur en soluté nécessaire à la saturation de  $10^{13}$  m/m<sup>3</sup> dislocations est de :

$$\frac{3.47 \times 10^{22}}{4.35 \times 10^{28}} = 7.209 \times 10^{-7} \quad (2.4)$$

On voit que la teneur en soluté nécessaire à la saturation est de l'ordre de 0.72 ppm. On ne peut abaisser suffisamment la teneur en soluté d'un métal en espérant y faire disparaître toutes traces de manifestation du phénomène de vieillissement.

### Temps de vieillissement

Les caractéristiques du palier sont directement liées au couple temps-température imposé pendant le traitement thermique ou de manière générale à l'histoire du matériau. Un vieillissement à une température élevée pendant un temps long va accélérer la cinétique de diffusion du carbone et donc augmenter l'ancrage des dislocations. À travers la figure 2.19, [Wilson and Russell, 1960] ont étudié l'évolution du palier pour différents temps de vieillissements à 60 °C sur un acier doux, pour trois tailles de grains ayant subi une pré-déformation de 4%. On peut distinguer de 0 à 30 minutes que la déformation de Lüders et le niveau de palier augmentent avec le temps de maintien. De 30 à 10 000 minutes, le niveau du palier continue à augmenter alors que la déformation de Lüders tend à se stabiliser. Au-delà de 10<sup>4</sup> minutes, l'acier est « sur-vieilli » ce qui correspond à une coalescence des précipités formés le long des dislocations.

On peut aussi souligner le rôle équivalent que joue le temps et la température de vieillissement. [Hundy, 1954] a été un des premiers à mettre en évidence cette relation. Il établit un lien qui permet de calculer un temps  $t$  à une température de vieillissement  $T$  équivalent au vieillissement d'une durée  $t_r$  à une température ambiante  $T_r$ .

$$\log \frac{t_r}{t} = \beta \left[ \frac{1}{T_r} - \frac{1}{T} \right] - \log \frac{T}{T_r} \quad (2.5)$$

où  $\beta$  est un coefficient qui tient compte de la nature des solutés (carbone ou azote) [Hundy, 1954].

La figure 2.20 met en évidence la hauteur du pic ( $\sigma_{upper} - \sigma_{lower}$ ) après vieillissement thermique. Une première déformation de Lüders apparaît après le début de l'essai de traction puis l'essai est interrompu, l'éprouvette est vieillie pour différents couples temps-température. Un nouveau pic de Lüders est observé après avoir sollicité de nouveau l'éprouvette. La hauteur du pic obtenu est d'autant plus élevée que la température de vieillissement est grande pour un temps de maintien équivalent. La figure 2.21 illustre bien cette influence et couplage temps-température pour un fer à 0.003% de carbone. On remarque une influence sur la manifestation du vieillissement statique avec la pré-déformation et les conditions de vieillissement thermique. Au-delà de la hauteur du pic et de la longueur du palier, on constate sur la figure 2.21 un sur-écrouissage persistant pour la phase  $B$  pour une recharge après 10 minutes à 100°C.

### Vitesse de déformation

La vitesse de déformation a également une influence sur le niveau de palier pour les aciers sensibles à la vitesse de déformation. Une grande vitesse de déformation entraîne un niveau et une longueur de palier plus importants [Jaoul, 1964]. Cet effet est bien illustré sur la figure 2.22.

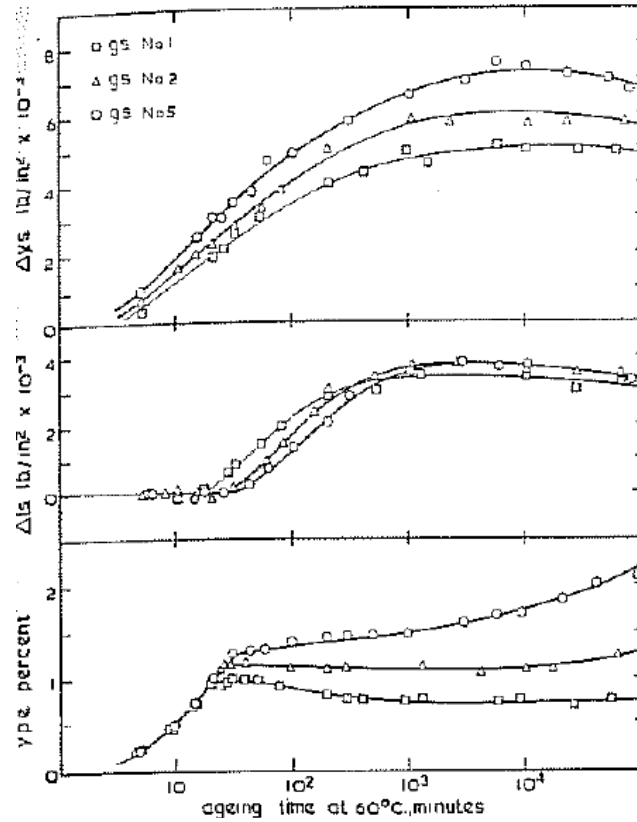


FIG. 2.19 – Variation de la limite inférieure d'écoulement ( $\Delta y.s.$ ), de la contrainte d'écoulement après le pic ( $\Delta f.s.$ ) et de la déformation de Lüders (y.p.e.) après 4% de déformation à température ambiante. g.s.1, 51; g.s.2, 195; g.s.3, 1850, grains/mm<sup>2</sup> [Wilson and Russell, 1960].

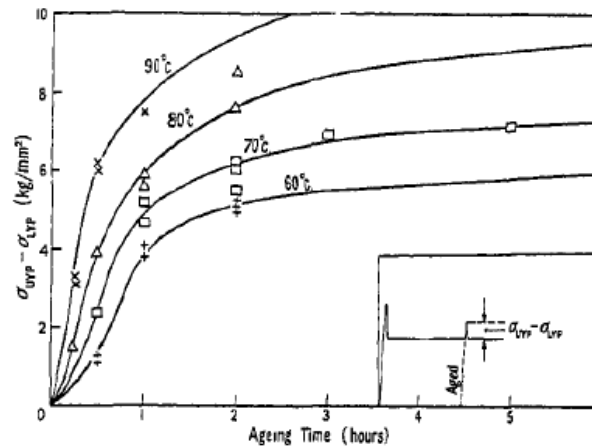


FIG. 2.20 – Évolution de la limite supérieure d'élasticité à température ambiante en fonction des paramètres du vieillissement thermique. [Sylwestrowicz and Hall, 1951].

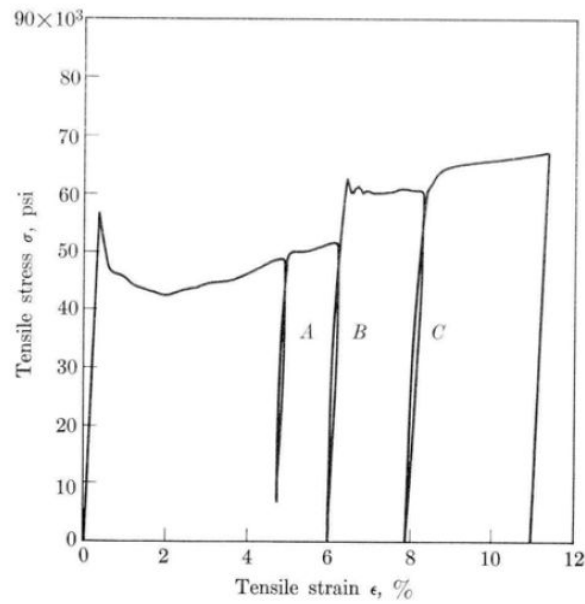


FIG. 2.21 – Influence du temps de vieillissement à 20°C pour un fer à 0.003% de carbone. A : recharge immédiate, B : recharge après 10mn à 100°C, C : recharge après 1mn à 100°C [McClintock, 1966].

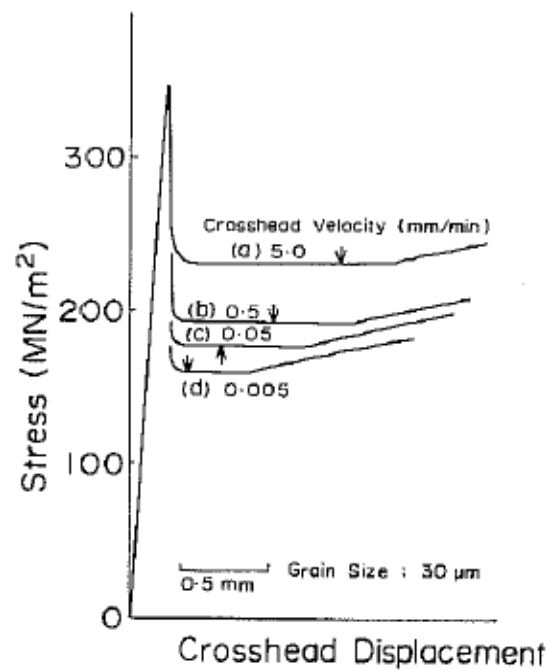


FIG. 2.22 – Effet de la vitesse de déformation sur des essais de traction à température ambiante [Fujita and Miyazaki, 1978].

### La pré-déformation

Le mode de pré-déformation joue un rôle sur les propriétés du palier. Par exemple, une pré-déformation en traction suivie d'une traction dans une autre direction après le traitement de vieillissement ne conduit pas forcément à l'apparition d'un pic sur les courbes de traction, comme le montre la figure 2.23. [Okamoto et al., 1989] explique que si les directions d'application de la pré-déformation et de la déformation sont différentes, les systèmes de glissement activés ne sont pas les mêmes et donc l'effet de blocage par les interstitiels est moindre voire nul. De même plus la pré-déformation initiale est importante, plus la densité de dislocations sera importante, donc conduira en présence d'interstitiels libres, à un vieillissement prononcé.

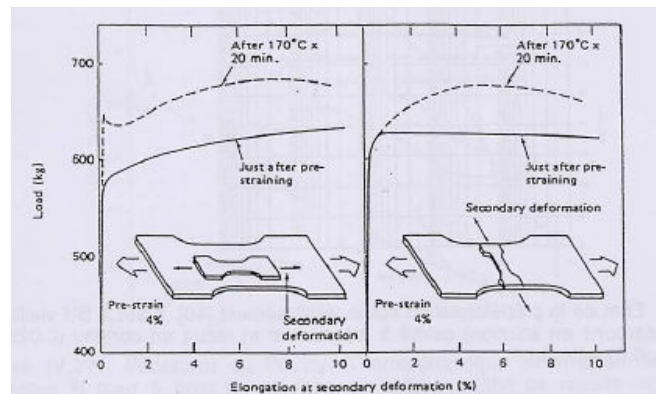


FIG. 2.23 – Effet de la direction de la pré-déformation sur le vieillissement pour un acier de base recuit [Okamoto et al., 1989].

Des essais de torsions bidirectionnelle avec périodes de vieillissement statique (l'échantillon est déchargé et chauffé) entre chaque phase de chargement, effectués sur des tubes en acier doux, ont révélés un phénomène particulier : il n'y a pas de limite supérieure d'élasticité et de bandes de Lüders si, après une déformation suivie d'un nouveau vieillissement, le sens de la torsion est inversé [Elliot et al., 2004]. La figure 2.24 met en évidence ces résultats.

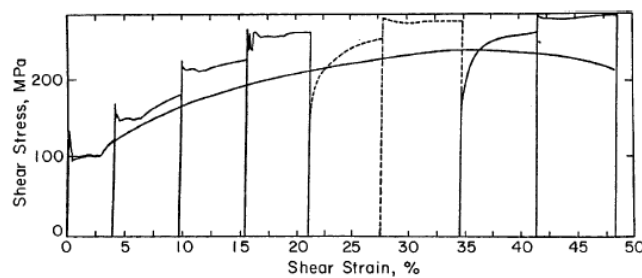


FIG. 2.24 – Courbe de déformation en torsion d'un tube en acier doux à température ambiante [Elliot et al., 2004]. Les différentes phases de chargement en torsion directe (trait continu) ou inverse (trait pointillé) sont chacune séparées par une période de vieillissement statique de 1 h à 120°C.

Les quatre premières phase de chargement (trait continu) sont effectuées en torsion directe. Chacune d'entre elles est caractérisée par l'apparition d'un pic accompagné d'un niveau de sur-écrouissage. La cinquième phase, effectuée en torsion inverse (trait pointillé),



ne révèle aucun pic de contrainte et montre un fort effet Bauschinger. Une nouvelle déformation en torsion inverse donne ensuite une nouvelle bande de Lüders, puis le pic de contrainte est inexistant en torsion directe, de nouveau avec un fort effet Bauschinger. Enfin, la dernière phase en torsion directe s'accompagne logiquement d'un nouveau pic.

Ce phénomène, toujours accompagné d'un fort effet Bauschinger, a également été observé en traction-compression dans les aciers doux [Wilson and Ogram, 1968, Tipper, 1952, Taupin, 2007]. L'interprétation proposée à l'époque [Wilson and Ogram, 1968] lie l'absence de la limite supérieure d'élasticité en déformation inverse à l'écrouissage cinématique. Selon cette interprétation, la contrainte interne formée lors de la déformation précédente, favorise le désancrage des dislocations lorsque le sens de déformation est inversé, ce qui expliquerait l'absence de phénomène de Lüders.

## Température

La température de sollicitation joue un rôle également dans l'observation macroscopique du phénomène sur une courbe force-déplacement. Vers les hautes températures, le pic et le palier ont tendance à diminuer voire à disparaître, figure 2.25. On peut souligner l'apparition de bandes PLC pour les températures chaudes. Le phénomène à basse température tend à s'inverser. [McMahon and Cohen, 1965] ont testé deux types d'aciers ferritiques de composition légèrement différentes de  $-120^{\circ}\text{C}$  à  $-180^{\circ}\text{C}$ . Le pic et le plateau de Lüders s'atténuent avec les basses températures, voir figure 2.26, mais on peut attribuer ce changement à la transition du comportement de l'acier qui passe d'un état ductile à un état fragile. Cependant, [Tanguy, 2001] obtient des résultats contradictoires qui montrent un accroissement du vieillissement statique avec la diminution de la température. [Lindley and Smallman, 1963] ont également étudié le comportement du vanadium polycristallin pour des températures légèrement négatives où la hauteur du pic a tendance à augmenter avec la chute de la température.

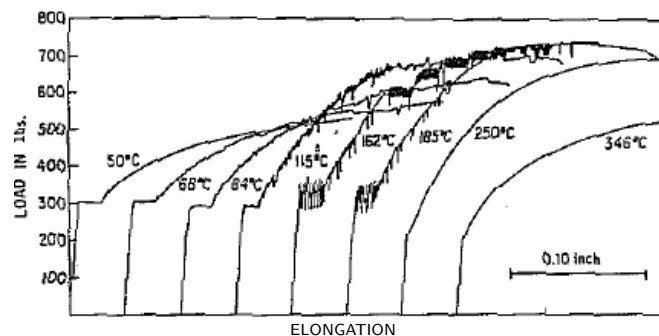


FIG. 2.25 – Courbes chargement-allongement d'un acier 0.035C à hautes températures [Keh et al., 1968].

## 2.2 Mécanismes et modèles de rupture

Deux types de rupture sont caractéristiques de l'acier de l'étude : la rupture ductile aux températures élevées (supérieures à la température de transition ductile-fragile) et le clivage aux températures basses (inférieures à la température de transition ductile-fragile). Dans le domaine de transition ductile-fragile, les deux types de rupture peuvent coexister, et les cupules ductiles ainsi que les facettes de clivage se trouvent souvent sur la surface de rupture.

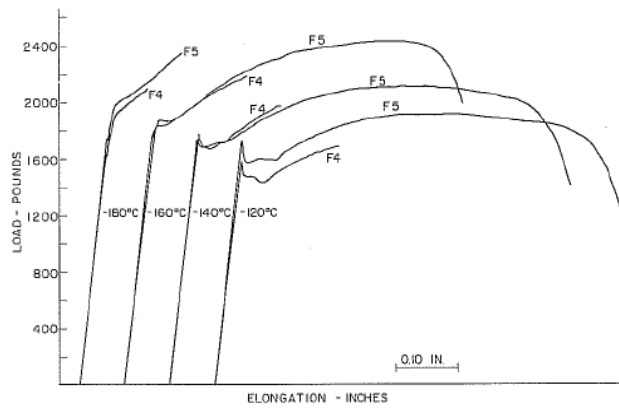


FIG. 2.26 – Exemples de courbes chargement-allongement d'un acier ferritique à basses températures pour deux compositions différentes [McMahon and Cohen, 1965].

Le clivage est le mode fragile de rupture, impliquant de faibles valeurs de ténacité et/ou résilience, avec très peu de déformation plastique. Cela peut être vrai à l'échelle macroscopique, mais pas nécessairement à l'échelle microscopique ; pour déclencher le clivage, la déformation plastique doit être localement présente.

Nous ne nous intéresserons qu'à la partie rupture fragile dans cette étude pour décrire la partie basse de la courbe de transition de résilience ductile-fragile. Les mécanismes, aspects expérimentaux et numériques sont détaillés dans la partie suivante.

### 2.2.1 Rupture fragile

#### Mécanisme

Ce mode de rupture intervient aux basses températures. Les surfaces de rupture sont relativement planes et correspondent très généralement à des plans cristallographiques du type  $\{100\}$  pour le cas des aciers ferritiques (structures cubiques centrées). La contrainte théorique de séparation des plans atomiques n'est jamais globalement atteinte, mais elle peut le devenir localement grâce à un phénomène essentiellement lié à la présence d'une zone de déformation plastique en pointe de fissure.

Les conditions de propagation d'un défaut pré existant sont évaluées en fonction du critère de Griffith. La rupture ultime par clivage est due à la séparation des plans cristallins par rupture des liaisons interatomiques. Cette contrainte théorique critique à rupture d'un matériau fragile (rupture sans déformation plastique) est donnée par :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E'\gamma_s}{\pi a_c}} \quad (2.6)$$

$2a_c$  longueur critique du défaut,

$E$  module d'Young,

$E' = E$  en contrainte plane,

$= \frac{E}{(1 - \nu^2)}$  en déformation plane,

$\gamma_s$  énergie qui doit être dépensée pour produire la rupture.

Plusieurs sites peuvent être à l'origine de concentrations de contraintes pouvant initier des micro-défauts, ils sont intimement liés à la microstructure du matériau. Pour les aciers doux, les travaux de McMahon [McMahon and Cohen, 1965] sur des microstructures ferrito-perlitiques ont mis en évidence que les sites potentiels de concentration de contraintes sont des carbures intra ou inter-granulaires. Cependant, l'implication des carbures sur l'amorçage d'un microdéfaut semble fortement dépendre de leur taille. Les observations de Pluvinage [Pluvinage et al., 1999] sur une microstructure ferritique montrent que lorsque les carbures sont trop petits, l'origine des sites de clivage ne peut être associée à la présence d'une particule.

Quelle que soit la nature des défauts à l'origine de la formation d'une microfissure, il faut se demander quel est l'évènement qui déclenche la rupture finale. Est-ce la création d'une microfissure dans une particule fragile ? Ou est-ce sa propagation sur une distance caractéristique ? Dans ce dernier cas, la propagation peut être stoppée par les hétérogénéités locales, ce qui souligne le rôle de la matrice environnante. La réponse dépend fortement de la microstructure impliquée, la nature de l'entité microstructurale qui contrôle la rupture n'est pas unique. Sur un acier ferrito-perlitique, l'entité microstructurale contrôlant le clivage est définie comme la région de ferrite et de perlite qui a la même orientation que la ferrite [Linaza et al., 1995].

### Modèle de Beremin

La probabilité de rupture fragile cumulée  $P_r$  d'une structure chargée peut être décrite par le modèle de Beremin [Beremin, 1983]. Les hypothèses du modèle sont celles de la théorie du maillon le plus faible. La déformation plastique conduit à la germination de microdéfauts (par exemple des microfissures issues de particules de seconde phase ou d'empilements de dislocations sur les joints des grains) qui deviennent ensuite instables quand la contrainte principale maximale  $\sigma_I$  atteint une valeur critique dans un volume représentatif. Cette valeur critique de  $\sigma_I$  dépend des défauts présents, d'où l'aspect probabiliste. La deuxième hypothèse est que la densité des microdéfauts dans le volume représentatif suit une loi en puissance inverse de la longueur de ces microdéfauts.

La probabilité de rupture s'écrit :

$$P_r = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_w(t)}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad (2.7)$$

où  $m$  est le module de Weibull,  $\sigma_u$ , la contrainte de normalisation et  $\sigma_w$  est appelée contrainte de Weibull.

$$\sigma_w(t) = \sqrt[m]{\int_{V_p} \max_{0 \leq \tau \leq t} (\sigma_I^\tau)^m \frac{dV}{V_0}} \quad (2.8)$$

avec  $V_p$  les volumes plastifiés à basse température,  $\sigma_I^\tau$  la contrainte principale maximale au temps  $\tau$  dans chacun de ces volumes,  $V_0$  le volume élémentaire représentatif du mode de rupture par clivage.

Diverses études ont utilisé ce modèle pour décrire la courbe de transition ductile-fragile et la prévision de la rupture par clivage. [Rossoll, 1998] a utilisé la combinaison du modèle de Beremin pour la prévision de la rupture par clivage et du modèle GTN [Gurson, 1977] pour

décrire la déchirure ductile. Il a réussi, en adoptant cette méthode, à prédire la ténacité à partir des essais Charpy pour le palier bas. Les paramètres de Weibull, identifiés à partir des essais Charpy sont supposés constants. [Haušild, 2002] a repris cette même problématique mais en faisant varier les paramètres de Weibull avec la température. [Tanguy, 2001] obtient le même type de résultats sur un autre acier mais avec un unique jeu de paramètres.

### 2.2.2 Transition ductile–fragile

Les aciers ferritiques présentent une zone de transition ductile–fragile : lorsque l'on parcourt le domaine de température, des basses températures vers les températures plus élevées, il existe un domaine appelé domaine ductile–fragile, où la rupture par clivage est précédée par des fortes déformations plastiques puis par l'amorçage et la propagation d'une déchirure ductile. Ce domaine est généralement caractérisé par une dispersion importante des énergies à rupture.

Le domaine de la transition ductile–fragile peut être décomposé en deux parties. La première correspond au déclenchement du clivage après peu ou pas de déchirure ductile. Pour la seconde, le clivage se déclenche après propagation de la déchirure. Celle-ci se produit sur l'ensemble de l'éprouvette lorsque la température du plateau ductile est atteinte.

[Houssin et al., 1980] ont étudié un acier de cuve de réacteur nucléaire dans le domaine de la transition. Ils ont montré que lorsque l'on écrouit le matériau de 5%, on décale la courbe de la transition ductile–fragile vers les plus hautes températures. Si le matériau préalablement écroui subit un vieillissement thermique pendant 30 min à 250 °C, un décalage supplémentaire de la température de transition est noté, figure 2.27.

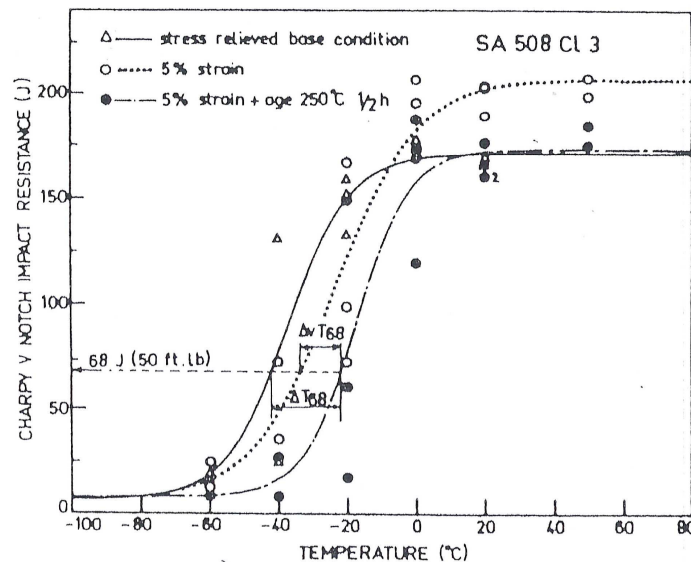


FIG. 2.27 – Courbes de transition ductile–fragile d'un acier A 508 Cl3. [Houssin et al., 1980].

Le domaine de la transition ductile-fragile d'un acier comme l'acier A 508 Cl3 est donc marqué par la compétition entre deux types de rupture : la rupture ductile et la rupture par clivage (fragile). Ces deux modes de ruptures coexistent souvent lorsque l'on observe le faciès de rupture du matériau dans ce domaine. On trouvera ainsi à la fois des cupules ductiles ainsi que des facettes de clivage (cf. figure 2.28).

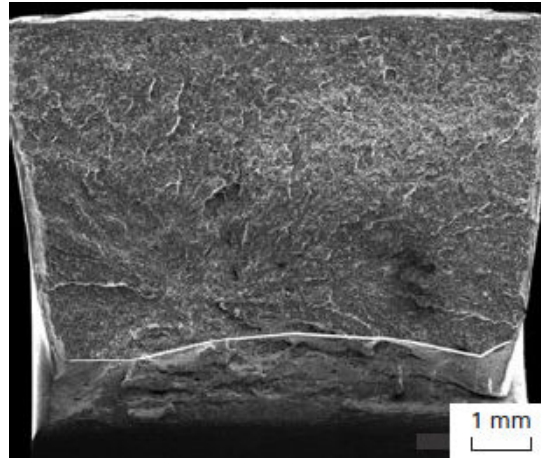


FIG. 2.28 – Surface de rupture d'une éprouvette Charpy à  $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Du bas vers le haut de la photographie : l'entaille mécanique, puis la déchirure ductile délimitée par la ligne blanche, puis la rupture fragile par clivage. [Rossoll, 1998].

La figure 2.29 montre qu'il existe une relation linéaire entre le décalage de la température de transition et la teneur en azote libre (cette relation a été établie pour trois aciers différents, présentant un taux d'écroutissage de 10 %).

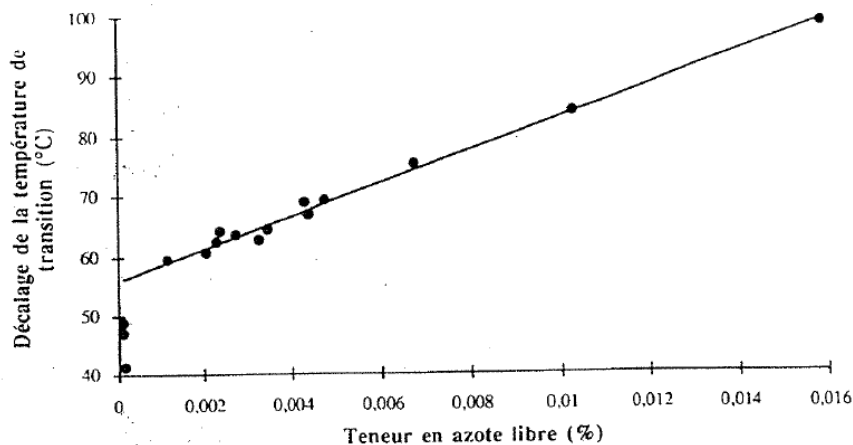


FIG. 2.29 – Décalage de la température de transition de résilience provoqué par un écroutissage de 10 % et un vieillissement de 30 min à  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$  [Koster and Kampschulte, 1961].

### 2.2.3 L'essai Charpy

L'essai de Charpy est largement répandu à travers le monde comme essai de référence pour caractériser la fragilité des métaux. Il est normalisé selon [AFNOR, 1990]. Cet essai consiste à rompre une éprouvette entaillée (l'entaille a pour but de fragiliser le matériau) - éprouvette Charpy - sous l'impact d'un « mouton-pendule », figure 2.30. Une éprouvette Charpy est un barreau de section  $10 \times 10\text{ mm}^2$  entaillé en son milieu. Deux types d'éprouvettes existent, les éprouvettes *KCU* et *KCV*, selon que l'entaille a une forme de U ou de V. Les différences essentielles entre ces types d'éprouvettes sont la section de la surface de rupture testée (respectivement  $0,5$  et  $0,8\text{ cm}^2$ ) et le rayon de courbure de l'entaille donc la

triaxialité des contraintes. Les éprouvettes *KCU* ne sont pratiquement plus utilisées, elles ne servent plus qu'à des comparaisons avec des résultats anciens. On mesure l'énergie absorbée par la rupture, ce qui permet de remonter à la résilience du matériau (énergie absorbée ramenée à la surface (en  $\text{J}/\text{cm}^2$ )). Cet essai permet également d'accéder au taux de rupture fragile, correspondant à la fraction du faciès qui présente un aspect brillant. L'évaluation de cet aspect de la rupture fragile sera désigné par le terme « cristallinité » par la suite. Cette « cristallinité » est évaluée par l'opérateur ou par techniques d'analyse d'images), ou à l'expansion latérale des éprouvettes suite à la rupture. En effectuant des essais à différentes températures, il est possible d'évaluer la température de transition ductile–fragile et de suivre ainsi la fragilisation de matériaux au cours du temps, par exemple sous l'effet d'irradiation ou de vieillissement thermique. Un point important à noter est que ces essais caractérisent les deux phases : initiation et propagation de la rupture, alors que les essais de ténacité caractérisent uniquement la phase de propagation. En outre, les valeurs d'énergie obtenues dépendent de différents phénomènes et paramètres, tels que la géométrie de l'éprouvette et du couteau, une plastification potentiellement intense (si le matériau n'est pas fragile), cet essai a donc une nature plus comparative que caractéristique du matériau lui-même.

Cet essai s'est naturellement imposé dans le programme de surveillance des centrales nucléaires françaises pour surveiller l'évolution de la température de transition des aciers de cuve soumis à l'irradiation. Malgré les avantages qui le caractérisent : rapidité, faible coût, données expérimentales simples, l'essai de résilience Charpy ne permet pas de remonter à une grandeur caractéristique de la résistance à la propagation d'un défaut, tel que la ténacité, qui est nécessaire pour valider la fiabilité d'une structure. Bien que cet essai soit largement répandu, il souffre d'un sérieux inconvénient : il ne peut être utilisé immédiatement pour une évaluation quantitative de la sécurité d'un matériau par le biais de la mécanique de la rupture, puisque *KCV* et  $K_{Ic}$  ne sont pas directement reliés. Ce qui est relativement compréhensible puisque ces deux approches sont fondamentalement différentes :

- La ténacité  $K_{Ic}$  à partir de facteur d'intensité des contraintes. Le facteur d'intensité des contraintes est un paramètre de chargement de pointe de fissure, c'est-à-dire un paramètre caractéristique global décrivant une contrainte locale et les champs de déplacement en avant de la pointe de fissure. La valeur critique de ces variables locales, caractérisée par la valeur critique du facteur d'intensité des contraintes, peut être considérée comme la résistance du matériau à la propagation de fissures. L'essai de ténacité est quasi-statique.
- La résilience *KCV* est un paramètre global qui n'est pas directement lié aux variables dites locales. Il fait le lien entre l'énergie de déformation plastique et l'énergie de rupture. Aucune fissure n'est encore présente dans l'éprouvette standard Charpy, par conséquent un apport d'énergie est nécessaire pour initier la fissure à travers l'échantillon. La contribution de ces énergies dans les résultats expérimentaux ne peut être dissociée. L'essai de résilience est dynamique.

Les volumes échantillonnés sont différents entre un essai de ténacité et un essai de résilience.

L'instrumentation de l'essai Charpy a permis d'obtenir des informations plus quantitatives. Le marteau du pendule est instrumenté (jauges de contrainte) et permet ainsi d'obtenir un enregistrement de la force en fonction du temps qui peut être transposé en force vs. déplacement par des formules ou par la mesure du déplacement du marteau. L'importance de cette mesure permet d'interpréter à travers la courbe force–déflexion, représentation schématique en figure 2.31, le comportement du matériau d'un point de vue de la rupture. Les fortes oscillations dues aux effets dynamiques sur la courbe force–déflexion rendent celle-ci

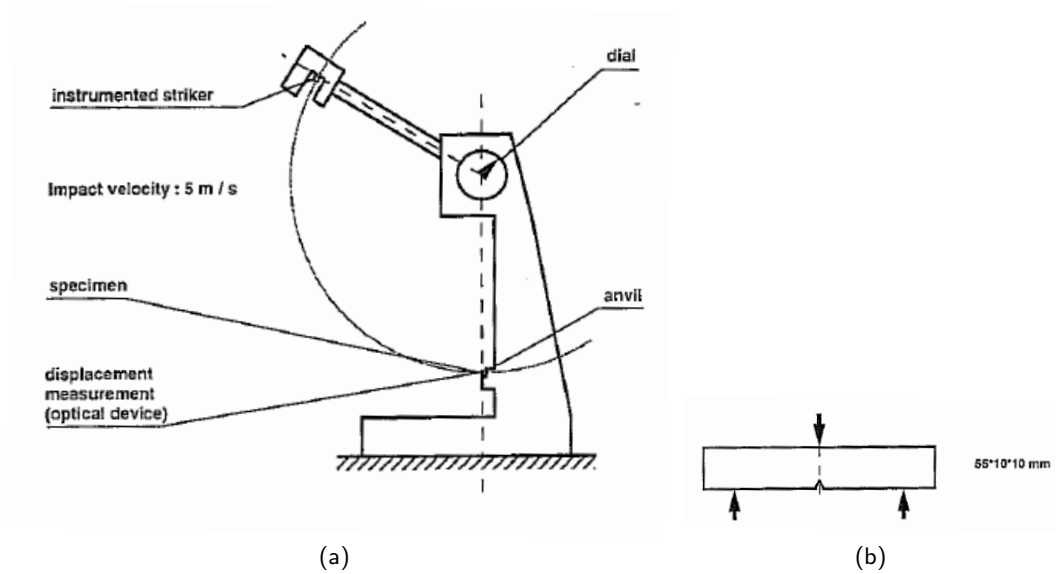


FIG. 2.30 – (a) Principe de l'essai Charpy. (b) Éprouvette standard Charpy V-notch (KCV) [Rossoll, 1998].

difficile à exploiter.

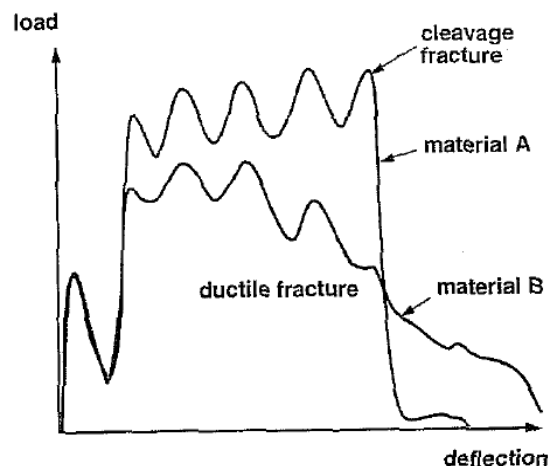


FIG. 2.31 – Enregistrement force vs. déflexion pour deux matériaux lors d'un essai de résilience instrumenté [Rossoll, 1998].

#### 2.2.4 Simulation de l'essai Charpy

La simulation numérique de l'essai Charpy pose des problèmes spécifiques liés aux aspects dynamiques de l'essai. Les effets d'inertie doivent être examinés. Par ailleurs, d'éventuels effets thermiques, liés à la dissipation plastique, sont susceptibles d'apparaître en fond d'entaille. Le contact entre l'éprouvette et le marteau, d'une part, et les appuis, d'autre part, ne peut être négligé, surtout pour les températures d'essai conduisant à une résilience élevée pour lesquelles l'indentation de l'éprouvette, au niveau de ces contacts, est le plus souvent observée. La modélisation du contact est un point important. Il n'est pas possible de considérer des appuis ponctuels, étant donné la déflexion importante de l'éprouvette et

les matages observés au niveau des contacts après essai. Par contre, on peut montrer que le fait de considérer les appuis et le marteau, comme des surfaces rigides ou élastiques déformables, ne modifie pas les résultats. Un coefficient de frottement plus important retarde l'amorçage de la fissure ductile, élève le niveau des contraintes, modifie la courbe globale et l'évaluation de la contrainte de Weibull, uniquement après amorçage de la déchirure ductile. Ainsi la valeur du coefficient de frottement devient importante lorsque les niveaux d'énergie augmentent.

En utilisant les conditions de symétrie, on peut se limiter à mailler une demi-éprouvette en 2D et un quart en 3D. La figure 2.32 montre l'exemple d'un maillage 3D qui comporte 10 couches dans l'épaisseur. Pour bien décrire les gradients de contraintes et de déformations dans l'épaisseur, tout en limitant le nombre de degrés de liberté, une taille de maille décroissante vers la surface externe peut être appliquée. Les techniques de maillage mixte 2D/3D (au voisinage de l'entaille) présentent peu d'intérêt car elles nécessitent de définir une zone 3D très étendue pour bien décrire la plasticité généralisée intervenant très tôt dans l'histoire du chargement. Un maillage fin est nécessaire dans les zones de contact et des surfaces rigides peuvent être utilisées pour modéliser le marteau et les appuis. Le chargement de l'éprouvette est classiquement effectué en imposant une vitesse définie au marteau.

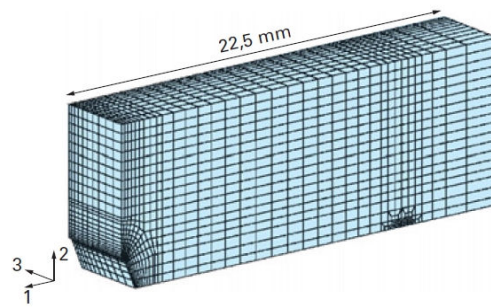


FIG. 2.32 – Maillage 3D du quart de l'éprouvette Charpy (les surfaces analytiques de contact ne sont pas représentées) [Berdin and Prioul, 2007].

Un calcul dynamique 3D étant lourd, on peut se limiter à un calcul 2D mais, comme le montre [Berdin and Prioul, 2007], il est nécessaire de tenir compte de la complaisance de la machine si l'on souhaite rendre compte explicitement des effets d'inertie et des oscillations qui apparaissent sur les courbes expérimentales force-déplacement.

### 2.2.5 Relation résilience-ténacité

Des corrélations empiriques entre  $KCV$  et  $K_{Ic}$  ont été proposées ayant chacune leurs limites. L'enjeu du passage résilience-ténacité au niveau industriel est donc très clair. Il s'agit d'établir une corrélation entre les deux grandeurs,  $KCV$  et  $K_{Ic}$ , à partir de critères de rupture. La différence de nature entre les grandeurs issues des deux essais n'a pu conduire qu'à l'établissement de corrélations empiriques entre la résilience,  $KCV$ , et la ténacité,  $K_{Ic}$ . Les corrélations proposées sont nombreuses. Nous en présentons ici trois, valables pour le plateau bas de la transition. Cette revue explicite des relations résilience-ténacité est extraite de la thèse de [Tanguy, 2001].



**Corrélation de Barsom et Rolfe**

Barsom et Rolfe [Barsom and Rolfe, 1970, Rolfe and Barsom, 1977] ont été parmi les premiers à proposer deux types de corrélations empiriques entre la résilience et la ténacité. La première est basée sur une relation directe entre les deux grandeurs (2.9) et s'applique dans le domaine des basses énergies.

$$\frac{K_{Ic}^2}{E} = 0.222(KCV)^{\frac{3}{2}} \quad (2.9)$$

$$\text{avec} \begin{cases} \frac{K_{Ic}^2}{E} & \text{en N/mm} \\ KCV & \text{énergie en Joules} \end{cases}$$

La deuxième corrélation est basée sur l'hypothèse que le décalage de la température dû à l'effet de vitesse est le même pour les courbes de résilience et de ténacité. Ce décalage,  $\Delta T$ , n'étant fonction que de la limite d'élasticité  $R_e$  (2.10). On admet également que la corrélation entre la ténacité  $K_{Ic}$  et l'énergie  $KCV_s$  mesurée en flexion lente est identique à celle existant entre la ténacité dynamique  $K_{Id}$  et l'énergie  $KCV_d$  mesurée en flexion par choc. Cette dernière relation est donnée par l'expression (2.11). La méthode consiste alors à déterminer la courbe de transition de ténacité dynamique à partir de la courbe de résilience en utilisant l'expression (2.11) puis à effectuer un décalage en température  $\Delta T$  (2.10) de cette courbe pour obtenir la courbe de transition de ténacité  $K_{Ic}$ .

$$\Delta T(^{\circ}\text{C}) = \begin{cases} 95 - 0.1R_e & \text{pour } 250 \leq R_e(\text{MPa}) \leq 950, \\ 0 & \text{sinon.} \end{cases} \quad (2.10)$$

$$\frac{K_{Id}^2}{E} = 0.65 \times KCV_d \quad (2.11)$$

$$\text{avec} \begin{cases} \frac{K_{Id}^2}{E} & \text{en N/mm} \\ KCV_d & \text{énergie en Joules} \end{cases}$$

L'application de ces deux corrélations empiriques à différentes nuances de métaux a mis en évidence qu'une relation directe entre la ténacité et la résilience ne pouvait convenir que pour certains domaines de fragilité. Ainsi la corrélation directe semble donner de bons résultats pour des températures de TK28<sup>1</sup> élevées, et la corrélation indirecte pour TK28 comprise entre -40 °C et -10 °C.

**Corrélation de l'IRSID**

La corrélation de l'IRSID est basée sur les travaux de Marandet et Sanz [Marandet and Sanz, 1976], elle s'applique aux aciers à moyenne résistance. À partir de l'observation de la position relative des courbes de transition de résilience et de ténacité pour différentes nuances d'aciers, les auteurs en déduisent qu'il ne peut y avoir de corrélation directe entre  $K_{Ic}$  et KCV. La méthode proposée repose sur une relation entre les

---

<sup>1</sup>TK28 est la température pour laquelle l'énergie de rupture d'une éprouvette KCV vaut 28 Joules.

températures de transition  $TK_{100MPa\sqrt{m}}^2$  et  $TK28$ . La corrélation s'appuie sur les relations (2.12) et (2.13). On détermine une courbe de ténacité à partir de la courbe de résilience avec l'expression (2.12) puis on translate cette courbe pour qu'elle passe par le point  $(TK_{100MPa\sqrt{m}}, 100MPa\sqrt{m})$ .

Cette méthode donne de bons résultats pour  $KCV < 80$  J et pour des aciers présentant une « cristallinité » supérieure à 80 – 85 % à  $TK28$ .

$$K_{Ic} = 19 \times KCV^{\frac{1}{2}} \quad (2.12)$$

$$\text{avec} \begin{cases} K_{Ic} & \text{en MPa}\sqrt{m} \\ KCV & \text{en J} \end{cases}$$

$$TK_{100MPa\sqrt{m}} = 9 + 1.37 \times TK28 \quad (2.13)$$

### Corrélation de Wallin

La corrélation proposée par Wallin [Wallin, 1989, Wallin, 1994] s'appuie sur la description statistique de la ténacité et également sur une relation entre les températures  $TK_{100MPa\sqrt{m}}$  et  $TK28$ . La méthode que nous présentons est basée sur le concept de la « master- curve ». Cette méthode permet d'établir une courbe enveloppe de l'évolution de la ténacité en fonction de la température à partir de la réalisation d'un faible nombre d'essais de ténacité (environ 6) à une température donnée, proche de la température de référence,  $T_0 = TK_{100MPa\sqrt{m}}$ . Cette méthode est valable pour les aciers ferritiques dont la résistance est comprise en 275 et 825 MPa. Elle repose sur des valeurs de ténacité obtenues à partir d'éprouvettes d'épaisseur un inch, soit 25.4 mm. Les résultats de ténacité doivent être dépouillés en termes de  $K_{Jc}$  (valeur calculée à partir de l'intégrale  $J$  lorsque la plasticité reste confinée).

La description statistique de la ténacité en termes de probabilité de rupture est donnée par l'expression (2.14). Dans cette expression, le paramètre  $K_0$  représente la ténacité pour laquelle la probabilité de rupture vaut 63 %. L'évolution du paramètre  $K_0(T)$  est donnée par l'expression (2.15) où  $T_0$  est la température pour laquelle la ténacité moyenne vaut  $100MPa\sqrt{m}$  (température de référence). L'expression (2.15) a été établie pour des éprouvettes d'épaisseur 25 mm. Wallin propose la relation (2.16) entre  $T_0$  et  $TK28$  qui est valable uniquement pour des ténacités déterminées à partir d'éprouvettes d'épaisseur 25 mm. L'utilisation d'éprouvettes d'épaisseur différente modifie la constante apparaissant dans cette relation. En fait, dans la détermination de la « master-curve », l'expression (2.16) sert à déterminer approximativement la température de référence à laquelle il faut réaliser les essais de ténacité. La corrélation présentée ici suppose que l'expression (2.16) fournit la valeur  $T_0$ . Pour utiliser des valeurs de ténacité obtenues à partir d'éprouvettes d'épaisseur  $B_2$ , différentes de  $B_1 = 25$  mm, il faut corriger les effets d'épaisseur avec l'expression (2.17). Dans cette expression, le paramètre  $B_i$  représente l'épaisseur totale de l'éprouvette.<sup>3</sup> La combinaison des équations (2.14), (2.15), (2.16) et (2.17) permet d'obtenir l'évolution de la ténacité  $K_{Ic}$  en fonction de la température à partir de la connaissance de  $TK28$  (2.18).

<sup>2</sup>La température  $TK_{100MPa\sqrt{m}}$  est la température pour laquelle la ténacité  $K_{Jc}$  moyenne vaut  $100 MPa\sqrt{m}$ .

<sup>3</sup>Lorsque l'éprouvette possède des rainures latérales, la largeur à prendre en compte est la largeur totale de l'éprouvette et non pas la largeur  $B_{net}$  définie par la largeur de l'éprouvette à laquelle on soustrait les rainures latérales.

$$P_r(T) = 1 - \exp \left( - \left[ \frac{K - K_{min}}{K_0(T) - K_{min}} \right]^4 \right) \quad (2.14)$$

avec  $\begin{cases} K_{min} = 20MPa\sqrt{m}, \text{ valeur de la ténacité en dessous de laquelle} \\ \text{le clivage ne peut avoir lieu} \end{cases}$

$$K_0(T) = 31 + 77 \exp [0.019(T - T_0)] \quad \text{pour } B=25\text{mm } (T \text{ en } ^\circ\text{C}) \quad (2.15)$$

$$T_0 = TK_{100MPa\sqrt{m}} = TK28 - 18^\circ\text{C} \quad \text{pour } B=25\text{mm } (T \text{ en } ^\circ\text{C}) \quad (2.16)$$

$$K_{B2} = (K_{B1} - K_{min}) \left( \frac{B_1}{B_2} \right)^{\frac{1}{4}} + K_{min} \quad (2.17)$$

$$K_{Ic} = 20 + (11 + 77 \exp (0.019 [T - TK28 + 18^\circ\text{C}])) \left( \frac{25}{B} \right)^{\frac{1}{4}} \left( \ln \frac{1}{1 - P_r} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (2.18)$$

### 2.2.6 Résumé

Les travaux de [Rossoll, 1998, Tanguy, 2001] sur la modélisation de l'essai de Charpy donnent un bon aperçu de l'ensemble des méthodes disponibles pour prédire la ténacité à partir de la résilience. Les procédures de conversion des valeurs de  $KCV$  à  $K_{Ic}$  ont été développées sur une base de formulation empirique. Dans le plateau bas de la transition ductile–fragile, deux types d'approches peuvent être distinguées. La corrélation de niveau un convertit  $KCV$  en  $K_{Ic}$  en une étape [Barsom and Rolfe, 1970, Sailors and Corten, 1972, Barsom, 1975] tandis que des corrélations plus élaborées [Marandet and Sanz, 1976, Wallin, 1989] prennent en compte la différence entre la température de transition ductile–fragile entre  $KCV$  et  $K_{Ic}$  via un changement de procédure, voir le tableau 2.1.

L'objectif industriel d'un passage résilience–ténacité est de pouvoir à partir d'essais de résilience prédire la ténacité. L'essai de résilience est un essai économique, facile à mettre en œuvre et massivement répandu mais n'est pas une grandeur caractéristique et dimensionnante de la résistance à la propagation comme la ténacité.

référence	formules (pour $E = 207 \text{ GPa}$ )	domaine de validité	
		KCV [J]	$\sigma_y$ [MPa]
[Barsom and Rolfe, 1970]	$K_{Ic} = 6.76(KCV)^{\frac{3}{4}}$	4–82	270–1700
[Sailors and Corten, 1972]	$K_{Ic} = 14.6(KCV)^{\frac{1}{2}}$	7–68	410–480
[Barsom, 1975]	$K_{Ic} = 11.5(KCV)^{\frac{1}{2}}$	2.7–61	250–345
[Marandet and Sanz, 1976]	$TK_{Ic} = 9 + 1.37 \times TK28$ $K_{Ic} = 19(KCV)^{\frac{1}{2}}$ avec $(TK_{Ic} - TK28)$	5–(110)	274–820
[Wallin, 1989]	$K_{Ic} = 20$ $+ (11 + 77 \exp(0.019 [T - TK28 + 18^\circ\text{C}]))$ $\left(\frac{25}{B}\right)^{\frac{1}{4}} \left(\ln \frac{1}{1 - P_r}\right)^{\frac{1}{4}}$		

TAB. 2.1 – Corrélation entre  $KCV$ – $K_{Ic}$  pour la partie basse de la transition ductile–fragile. [Rossoll, 1998]

avec  
 $B$  largeur de l'éprouvette [mm],  
 $KCV$  résilience [J],  
 $E$  module d'Young,  
 $K_{Ic}$  ténacité « statique » [ $\text{MPa}\sqrt{m}$ ],  
 $K_{Id}$  ténacité « dynamique » [ $\text{MPa}\sqrt{m}$ ],  
 $P_F$  probabilité de rupture,  
 $T$  température [ $^\circ\text{C}$ ],  
 $TK_{Ic}$  température [ $^\circ\text{C}$ ] correspondant à  $K_{Ic} = 100 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ,  
 $TK28$  température [ $^\circ\text{C}$ ] correspondant à  $KCV = 28 \text{ J}$ ,  
 $\sigma_y$  contrainte d'écoulement [MPa] à la température ambiante.

## 2.3 Modélisation du comportement en présence de vieillissement sous déformation

Depuis environ trente ans, des efforts sont fournis pour proposer des modèles représentant les mécanismes physiques du vieillissement, capables de décrire les phénomènes, comme les instabilités de Piobert-Lüders. Pour cela il est important de bien définir les interactions des solutés avec les dislocations. Dans ce domaine, deux types de lois de comportement se distinguent : à base physique et phénoménologique.

### 2.3.1 Lois de comportement à base physique

Des lois d'évolution ont été proposées afin de représenter plus en détail les mécanismes physiques du vieillissement, qu'il soit statique (Lüders) ou dynamique (PLC). Cela nécessite la description correcte de l'interaction des solutés avec les dislocations. Il s'agit principalement de descriptions unidimensionnelles des contraintes engendrées par le phénomène de vieillissement.

Le plus ancien modèle, celui de [Cottrell, 1953], ensuite rapporté par [Friedel, 1964], suppose que les solutés mobiles interagissent par diffusion en volume à l'aide des lacunes avec les dislocations. Les dislocations se déplacent alors en traînant des nuages de Cottrell formés par les solutés. Le modèle permet de prévoir d'une manière qualitative la dépendance du déclenchement des instabilités de déformation plastique (« serrated yielding ») à la température et à la vitesse de déformation. Néanmoins, le modèle semble peu réaliste car le mouvement des dislocations est nécessairement discontinu du fait de la présence d'obstacles tels que les « dislocations de la forêt », c'est-à-dire les dislocations générées par des sollicitations antérieures mais non sollicitées ensuite. Des difficultés sont également présentes sur la prédiction de la déformation critique à laquelle les instabilités de déformation plastique apparaissent sur la courbe de traction.

Compte-tenu des limites évoquées du modèle de [Cottrell, 1953], de nouveaux modèles ont été proposés par [Van den Beukel, 1975, Van den Beukel and Kocks, 1982, Estrin and Kubin, 1989] afin de mieux représenter les phénomènes de vieillissement. Ils supposent tous un mouvement des dislocations discontinu avec un temps d'attente  $t_w$  devant les obstacles avant de les surmonter. Le temps de vol entre les obstacles est négligeable. La diffusion des solutés vers les dislocations pendant le temps d'attente des dislocations  $t_w$  augmente la résistance des obstacles. Ainsi, le désancrage des dislocations nécessite une augmentation de la charge. Ce désancrage « brutal » entraîne la localisation de la déformation en bandes de Lüders (ou PLC).

### Loi de Estrin Kubin

[Estrin and Kubin, 1989] ont proposé un autre modèle. Ils ont dissocié les évolutions des densités de dislocations mobiles et de dislocations de la forêt pour mieux représenter le phénomène.

Dans ce modèle, les solutés diffusent au voisinage des dislocations mobiles arrêtées temporairement par des obstacles (les dislocations de la forêt). Les densités de dislocations mobiles et de dislocations de la forêt évoluent inversement au cours de la déformation, une forte concentration en dislocations de la forêt favorisant l'ancrage des dislocations mobiles. Le durcissement provoqué par la présence des solutés autour des obstacles dépend de cette interaction entre les dislocations mobiles et les dislocations de la forêt. Ainsi, l'amplitude de la déformation élémentaire pour un saut d'obstacles dépend de la déformation. À faibles déformations plastique, la densité des dislocations mobiles augmente plus rapidement que la densité des dislocations de la forêt. En revanche, à des déformations plastiques élevées, la densité des dislocations mobiles sature tandis que la densité des dislocations de la forêt augmente rapidement à son tour puis sature également. Ainsi, la déformation élémentaire  $w$  augmente rapidement à faibles déformations plastiques à partir d'une valeur initiale, atteint une valeur maximale et décroît avec la déformation d'une manière asymptotique jusqu'à la valeur saturée. La sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est de la forme suivante :

$$S = S_0 + S_{ageing} = S_0 + \frac{d\sigma_f}{d \ln \dot{\epsilon}} \quad (2.19)$$

Une fonction de durcissement a été introduite afin de traduire la saturation du durcissement pour les temps de vieillissement élevés :

$$\sigma_f = \sigma_{f0} \exp [1 - \exp (-X)] \quad (2.20)$$

où  
 $S_0$  sensibilité liée à l'activation thermique en absence du vieillissement dynamique,  
 $\sigma_f$  contrainte de friction.

où  
 $\sigma_{f0}$  valeur maximale du durcissement lié au vieillissement dynamique.

(2.21)

Le terme  $X$  est défini par la relation :

$$X = \left( \frac{t_w}{\tau_0} \right)^{\frac{2}{3}} = \left( \frac{w}{\dot{\epsilon} \tau_0} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2.22)$$

avec  $t_w = \frac{w}{\dot{\epsilon}}$

Le terme  $\tau_0$  est le temps de relaxation associé à la diffusion des atomes en solution :

$$\tau_0 = (KD)^{-1} \left( \frac{C_m}{C_0} \right)^{\frac{3}{2}} \quad (2.23)$$

où  
 $C_m$  valeur saturée de la concentration des solutés autour des dislocations mobiles,  
 $C_0$  concentration des solutés dans le volume loin des dislocations mobiles arrêtées,  
 $D$  diffusivité des solutés,  
 $K$  constante représentant l'énergie de liaison soluté-dislocation.

Ce modèle est historiquement le fondement du modèle KEMC présenté dans la seconde partie et utilisé dans la thèse. Il est également la base de nombreux modèles écrits par la suite [Fressengeas et al., 2005, Taupin, 2007]. Initialement développé pour la modélisation du vieillissement dynamique (PLC), il peut néanmoins tout aussi bien modéliser le vieillissement statique.

### Loi de Fressengeas Beaudoin

[Fressengeas et al., 2005] se sont inspirés du modèle de [Kubin and Estrin, 1990] pour développer un modèle qui accepte des échelles de temps lentes à l'échelle de la dynamique des dislocations et des cinétiques de vieillissement. La dynamique des dislocations et des solutés sont couplés à l'échelle de temps relative au vieillissement dynamique rapide. Ce modèle est à la base adapté pour la modélisation du vieillissement dynamique type PLC mais comme tous les modèles de ce type, il peut aussi être utilisé pour modéliser le vieillissement statique de type Lüders.

Pour une plus grande clarté, les équations sont exprimées dans une formulation uniaxiale 1D avec un taux de déformation constant,  $\dot{\epsilon}_a$ .

$$\frac{\partial \rho_m}{\partial t} = \left( \frac{C_1}{b^2} - C_2 \rho_m - \left( \frac{C_3}{b} \right) \rho_f^{\frac{1}{2}} \right) \rho_m b v - A_1 \frac{1}{t_1} p(\rho_m b v) \rho_m \quad (2.24)$$

$$\frac{\partial \rho_f}{\partial t} = \left( C_2 \rho_m + \left( \frac{C_3}{b} \right) \rho_f^{\frac{1}{2}} - C_4 \rho_f \right) \rho_m b v + A_1 \frac{1}{t_1} p(\rho_m b v) \rho_m \quad (2.25)$$

En absence de vieillissement dynamique, l'évolution lente des densités de dislocation est gouvernée par le modèle de [Kubin and Estrin, 1990]. Les termes des équations (2.24) et (2.25) sont,  $C_1$  qui traduit la multiplication des dislocations mobiles par génération de boucles de dislocation,  $C_2$  pour l'annihilation mutuelle de ces dislocations mobiles,  $C_3$  leur immobilisation à travers l'interaction avec les dislocations de la forêt et,  $C_4$  pour la restauration dynamique (annihilation des dislocations forêt). L'évolution rapide des densités de dislocation provoquée par le vieillissement dynamique est prise en compte à travers  $A_1$ , qui couple les dislocations mobiles  $\rho_m$  et les dislocations forêt  $\rho_f$  avec les atomes en soluté. Ce terme contrôle l'échange de dislocations entre  $\rho_m$  et  $\rho_f$  pour l'arrêt des dislocations mobiles par les solutés en diffusion.

On retrouve dans l'équation (2.26), le taux de déformation plastique moyen  $\dot{\epsilon} = \rho_m b v$ , où  $b$  est le vecteur de Burgers et  $v$  la vitesse des dislocations.  $p(\dot{\epsilon})$  est la probabilité d'ancrage des dislocations qui seront ancrées sur les obstacles par formation de nuage avec les atomes en solution. Pendant que le taux de déformation plastique  $\dot{\epsilon}$  décroît de sa valeur maximale,  $p$  doit atteindre un maximum, puis chuter brutalement à zéro. Ceci est pris en compte par une courbe en cloche avec une distribution de type Weibull :

$$p(\dot{\epsilon}) = \frac{2}{\dot{\epsilon}_0} \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \exp \left( - \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^2 \right) \quad (2.26)$$

où  $\dot{\epsilon}_0$  est une constante. Dans ce modèle, le désancrage des dislocations provient de la multiplication des dislocations (terme  $C_1$ ), en accord avec l'ancrage des atomes de soluté et la chute de contrainte.

La bascule entre une concentration faible et une concentration élevée d'atomes en soluté se fait à travers la relation de cinétique (2.27) pour le temps de vieillissement  $t_a$ . L'équation (2.28) relie le module élastique effectif  $M$  et le taux de déformation plastique moyen  $\rho_m b v$  à travers l'échantillon.

$$\frac{\partial t_a}{\partial t} = 1 - \frac{\rho_m b v}{\Omega} t_a \quad (2.27)$$

$$\frac{\partial \sigma}{\partial t} = M (\dot{\epsilon}_a - \rho_m b v) \quad (2.28)$$

La concentration en soluté,  $C_s$ , renvoie au vieillissement statique avec un temps caractéristique de diffusion,  $\tau$ . Le vieillissement statique donne une courbe de référence qui est contrôlée par le temps de vieillissement  $t_a$ .

La contrainte liée à l'ancrage prend en compte la production d'un niveau de saturation  $f$  et d'une concentration des atomes de solutés ancrant les dislocations  $C_s$  qui évolue avec le temps de vieillissement  $t_a$  :

$$\sigma_s = f C_s = f \left[ 1 - \exp \left( - \left( \frac{t_a}{\tau} \right)^{\frac{2}{3}} \right) \right] \quad (2.29)$$

La vitesse des dislocations  $v$  est thermiquement activée. Les paramètres d'activation concernés sont la contrainte effective ( $\sigma - \sigma_a - \sigma_h - \sigma_s$ ) et le volume d'activation  $V$ . Dans ce cas,  $\sigma$  désigne la contrainte appliquée,  $\sigma_a$  est une contrainte thermique constante,  $\sigma_h$  est la contrainte d'écrouissage liée aux dislocations forêts (2.31) et  $\sigma_s$  la contrainte d'ancrage des solutés (2.29).  $v_0$  est une constante de référence liée à la vitesse des dislocations.  $\Delta G_0$ ,  $k_B$  et  $T$  désignent respectivement, l'enthalpie de référence, la constante de Boltzmann et la température.

$$v = v_0 \exp \frac{-\Delta G_0}{k_B T} \exp \frac{V(\sigma - \sigma_a - \sigma_h - \sigma_s)}{k_B T} \quad (2.30)$$

La contrainte d'écrouissage forêt  $\sigma_h$  s'écrit :

$$\sigma_h = \alpha \mu b \sqrt{\rho_f} \quad (2.31)$$

L'incrément de déformation élémentaire  $\Omega$  évolue lentement en accord avec le modèle standard de [Kubin and Estrin, 1990]. En utilisant  $A_1 = 0$  dans les équations (2.24) et (2.25) avec  $(\bar{\rho}_m, \bar{\rho}_f)$  désignant les solutions correspondantes  $(\rho_m, \rho_f)$ , on peut écrire :

$$\Omega = \frac{b \bar{\rho}_m}{\sqrt{\bar{\rho}_f}} \quad (2.32)$$

### Loi de Taupin

[Taupin, 2007] s'est intéressé dans ses travaux à la construction d'un modèle afin de reproduire des phénomènes observés dans le cas d'expérience de déformation-vieillessement-déformation inverse, présenté dans la partie 2.1.7 (figure 2.24).

Le modèle développé par Taupin [Taupin, 2007] suppose l'existence d'un seul plan de glissement actif ( $e_1, e_2$ ) perpendiculaire à l'axe de torsion ( $e_3$ ). La déformation plastique sera donc accommodée par des dislocations vis en excès dans ce plan. La formulation développée est une formulation générique du glissement simple et n'a pas l'ambition de reproduire fidèlement tous les aspects de la sollicitation de torsion. Ce modèle s'inspire et reprend globalement le modèle présenté et développé précédemment par [Fressengeas et al., 2005]. Pour une description plus détaillée et explicite se reporter à la thèse de [Taupin, 2007].

La valeur du temps de vieillissement, qui ne varie pas instantanément mais suit le temps d'attente  $t_w$  des dislocations temporairement arrêtées sur leurs obstacles, suit la loi de relaxation :

$$\dot{t}_a = \frac{1 - t_a}{t_w} \quad (2.33)$$

Cette loi d'évolution du temps de vieillissement est un élément repris dans le modèle KEMC qui sera utilisé par la suite.

### Loi de Ballarin

Dans le but de décrire pleinement le phénomène physique du vieillissement sous déformation, [Ballarin et al., 2009] ont travaillé sur un modèle capable de prédire la teneur des atomes de carbone en solution nécessaire pour ancrer les dislocations mais également



les densités de dislocations et enfin la détermination de la cinétique du vieillissement. Ce modèle s'applique tout particulièrement pour le traitement dit de « bake-hardening » des aciers. Ce phénomène consiste dans une première étape à pré-déformer une tôle jusqu'à un niveau de déformation de l'ordre de quelques pourcents avant de faire subir un vieillissement thermique à la tôle et re-solliciter la tôle dans une deuxième étape, illustré par la figure 2.33.

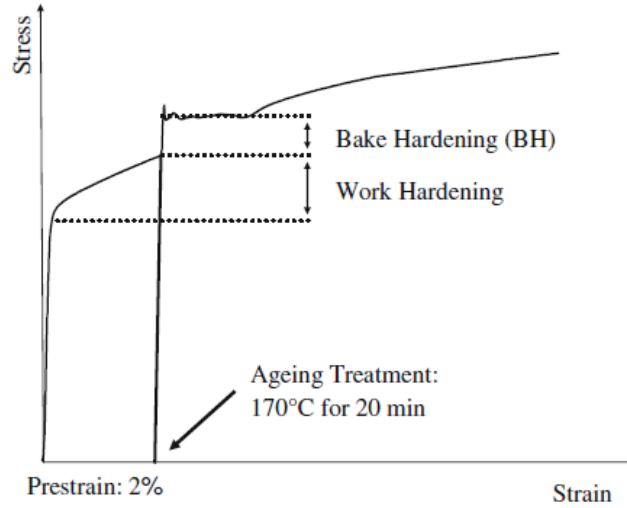


FIG. 2.33 – Courbe schématique pour définir le « bake-hardening » (BH).

En premier lieu, la teneur d'atomes de carbone en solution nécessaire pour ancrer les dislocations est prédite en considérant la sursaturation des atomes de carbone solutés et la ségrégation intergranulaire au cours du recuit en suivant le modèle proposé par [Mac Lean, 1957].

La densité de dislocations forêt  $\rho_f$  après pré-déformation est évaluée d'après la compétition entre l'accumulation et l'annihilation par la restauration dynamique, par conséquent :

$$\frac{\partial \rho_f}{\partial \varepsilon_p} = \frac{M}{bd} - Mf \cdot \rho_f \quad (2.34)$$

où  $M$  est le facteur de Taylor,  $d$  la taille de grain,  $b$  le vecteur de Burgers,  $f$  est un coefficient mesurant l'intensité de la restauration dynamique, et  $\varepsilon_p$  la déformation plastique.

Si on intègre l'équation précédente (2.34), où  $\rho_{f0}$  représente la densité initiale de dislocations on a :

$$\rho_f = \rho_{f0} \exp(-fM\varepsilon_p) + \frac{1 - \exp(-fM\varepsilon_p)}{bfd} \quad (2.35)$$

Selon [Bergström, 1970, Kocks, 1976], on peut alors relier la contrainte d'écoulement  $\sigma$  à la densité de dislocation forêt et déterminer ainsi l'écoulement plastique du matériau avant vieillissement :

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha \mu b \sqrt{\rho_f} \quad (2.36)$$

où  $\sigma_0$  est la contrainte de friction,  $\alpha$  un facteur de proportionnalité et  $\mu$  le module de cisaillement.

Une description détaillée de la cinétique du vieillissement, basée sur une forme généralisée du modèle de [Harper, 1951, Friedel, 1964], est donnée. Cette description prend en compte la diffusion des atomes de carbone dans le champ de contrainte au voisinage d'une dislocation, l'appauvrissement du carbone dans la matrice, et la saturation des sites de dislocations disponibles, comme proposé dans [Zhao et al., 2001]. Le niveau de saturation des dislocations,  $\delta_{BH}$  est donné par :

$$\delta_{BH} = \frac{N(t)}{N_0} = \frac{1 - \exp \left[ 3 (\rho_{fx} - n_0 a) \left( \frac{\pi}{2} \right)^{\frac{2}{3}} \left( \frac{ADt}{k_B T} \right)^{\frac{2}{3}} \right]}{1 - \frac{N_0}{n_0} \exp \left[ 3 (\rho_{fx} - n_0 a) \left( \frac{\pi}{2} \right)^{\frac{2}{3}} \left( \frac{ADt}{k_B T} \right)^{\frac{2}{3}} \right]} \quad (2.37)$$

où  $N(t)$  est le nombre d'atomes interstitiels par unité de volume qui ont atteint les dislocations après un temps  $t$  ( $N$  en  $\text{m}^{-3}$ ),  $N_0$  est le nombre initial de dislocations par unité de volume ( $\text{m}^{-3}$ ),  $A$  est l'énergie d'interaction entre les dislocations et les atomes de carbone en interstitiels,  $k_B$  est la constante de Boltzmann,  $T$  est la température de vieillissement absolue,  $t$  est le temps de vieillissement. Le coefficient  $a$  représente la distance de glissement des dislocations divisée par le nombre d'atomes de carbone en interstitiels par plan d'atomes, qui est pris égal à 15 dans le modèle. Le terme  $\rho_{fx}$  est la densité de dislocations après  $x$  pourcents de pré-déformation (2.35), et  $n_0$  est le nombre initial d'atomes interstitiels dans la matrice, donc  $N_0 = \frac{\rho_{fx}}{a}$ .

Le coefficient de diffusion du carbone dans la ferrite  $D$  ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ ) est donné par une relation d'Arrhenius :

$$D = 2.10^{-6} e^{\frac{-84.018}{RT}} \quad (2.38)$$

avec  $R$  la constante universelle des gaz parfaits.

La second durcissement par précipitation est supposé être dû au cisaillement des précipités par les dislocations, qui est proportionnel à  $(\lambda R)^{\frac{1}{2}}$ , où  $R$  est le rayon des précipités et  $\lambda$  est la fraction volumique de précipités. En normalisant le rayon des précipités par sa valeur maximale, un niveau de saturation des dislocations par précipitation peut s'écrire :

$$\delta_{prec} = \frac{R^2}{R_{max}^2} \quad (2.39)$$

Par conséquent, ce second durcissement peut s'écrire comme une fonction linéaire de  $\delta_{prec}$ .

Finalement, la « surcontrainte » BH peut être décrite comme la somme de deux termes correspondant aux deux étapes décrites précédemment :

$$BH = \delta_{BH} \Delta \sigma_{max}^{BH} + \delta_{prec} \Delta \sigma_{max}^{prec} \quad (2.40)$$

où  $\Delta \sigma_{max}^{BH}$  et  $\Delta \sigma_{max}^{prec}$  sont des constantes estimées pour chaque type de matériau.

Ce modèle apporte une contribution très physique à la surcontrainte due au vieillissement statique en fonction des concentrations d'atomes interstitiels et des cinétiques de vieillissements mises en jeu.

Les modèles à base physique ont tous un point commun défini par une surcontrainte liée à une ou plusieurs sur-concentration en soluté. Cette évolution est reliée à l'activité plastique.

### 2.3.2 Lois de comportement phénoménologique

#### Loi locale adoucissante

[Tsukahara and lung, 1998, Aguirre et al., 2004] ont montré qu'il est possible de simuler le vieillissement statique à l'aide d'une loi de comportement phénoménologique. Ce modèle est capable de reproduire le palier de Lüders et la surcontrainte qui le précède observés lors des essais de traction. La loi de comportement élastoplastique proposée repose sur la notion de limite d'élasticité haute et basse. Un pic traduit par un adoucissement local est introduit dans la loi d'écrouissage entre la limite d'élasticité basse ( $\sigma_{YL}$ ) et la limite d'élasticité haute ( $\sigma_{YU}$ ) qui représente l'ancrage des dislocations. Puis, cet adoucissement rejoint la courbe d'écrouissage durcissant classique, figure 2.34. L'adoucissement ainsi introduit provoque la localisation de la déformation sous forme de bandes de Lüders. L'avantage de cette loi de comportement est sa facilité d'utilisation dans les codes de calcul par éléments finis (description point par point ou par une fonction multilinéaire). Les simulations d'un essai de traction uniaxiale permettent ainsi d'observer le passage de bandes de Lüders au travers de l'éprouvette ainsi que le plateau sur la courbe force/déplacement. Les morphologies de bandes observées et les formes de paliers de Lüders obtenus sur la courbe simulée contrainte-déformation sont en bon accord avec l'expérience. Cependant il n'est pas possible de simuler un essai de type traction-vieillissement-traction comme observé expérimentalement (figure 2.21).

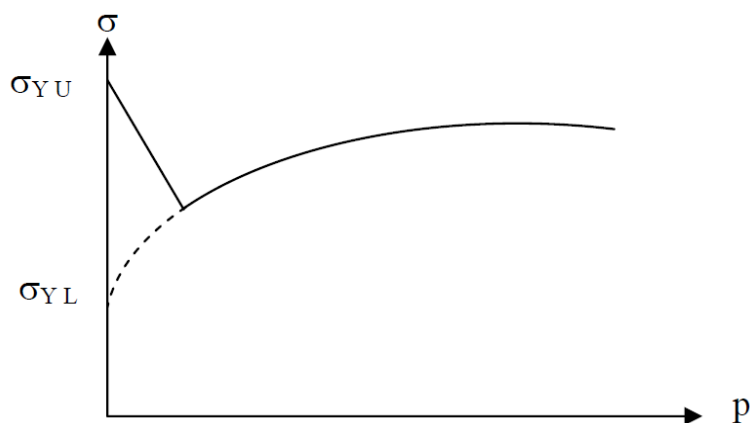


FIG. 2.34 – Exemple de loi locale adoucissante.

#### Loi Kubin–Estrin–McCormick (KEMC)

Le modèle de Kubin–Estrin–McCormick (KEMC) est issu du modèle de [McCormick and Ling, 1995] repris par [Zhang et al., 2001] et permet de prendre en compte

à la fois le vieillissement statique (Lüders) et dynamique (PLC). Ce modèle est une loi élasto-viscoplastique prenant en compte l'activation thermique de la déformation plastique. La forme présentée ici est issue de [Graff et al., 2004]. Le critère dans la fonction de charge est le critère de von Mises :

$$f(\boldsymbol{\sigma}, p, t_a) = J_2(\boldsymbol{\sigma}) - R_0 - R(p) - R_a(p, t_a) \quad (2.41)$$

$J_2$  est le second invariant du déviateur des contraintes. La limite d'élasticité  $R_0$  est définie en l'absence de vieillissement. Elle sera nommée par la suite également « micro-limite d'élasticité ». L'écrouissage  $R$  est défini de façon isotrope en fonction de la déformation plastique équivalente cumulée  $p$ . Un second terme de durcissement  $R_a$  également isotrope définit le vieillissement. L'écoulement plastique est défini par :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \quad (2.42)$$

$$\dot{p} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{V_a \langle f(\boldsymbol{\sigma}, p, t_a) \rangle}{k_B T}\right) \quad (2.43)$$

avec

$\langle f(\boldsymbol{\sigma}, p, t_a) \rangle$	$= \max(f(\boldsymbol{\sigma}, p, t_a), 0)$
$\dot{p}$	taux de déformation plastique équivalente,
$\dot{\varepsilon}_0$	vitesse de déformation de seuil à partir de laquelle l'activation thermique a lieu,
$E_a$	énergie d'activation des mécanismes de déformation plastique,
$k_B$	constante de Boltzmann $k_B = 1.38 \cdot 10^{-23} J.K^{-1}$ ,
$T$	température absolue,
$V_a$	volume d'activation dépendant de la température.

L'écrouissage isotrope classique est défini par la relation phénoménologique :

$$R(p) = Q [1 - \exp(-bp)] + Hp \quad (2.44)$$

Les paramètres  $Q$  et  $b$  décrivent l'écrouissage non-linéaire qui suivent une loi de type [Lemaitre and Chaboche, 1985],  $Q$  étant la valeur à saturation de l'écrouissage et  $b$  la vitesse à laquelle la saturation est atteinte. Un terme d'écrouissage linéaire, piloté par le paramètre  $H$ , permet de simuler l'écrouissage à des niveaux de déformation élevés.

Le terme de vieillissement permet de simuler la contrainte d'ancrage à l'aide des équations phénoménologiques inspirées de McCormick :

$$R_a(p, t_a) = P_1 C_s(p, t_a) \quad (2.45)$$

avec

$$C_s(p, t_a) = C_m (1 - \exp(-P_2 p^\alpha t_a^n))$$

Le terme  $R_a$  représente le durcissement apporté par le vieillissement. Il dépend des variables internes  $p$ , la déformation plastique équivalente cumulée et  $t_a$  le temps de vieillissement.

La variable  $C_s$  représente de façon phénoménologique la surconcentration des atomes de solutés venant ancrer les dislocations temporairement arrêtées sur des obstacles (par exemple, les dislocations de types « arbres de la forêt »). C'est une variable, variant de 0 à 1, qui augmente avec le temps de vieillissement  $t_a$ . Une situation totalement ancrée se traduit par  $C_s=1$ , tandis qu'une situation totalement désancrée se traduit par  $C_s=0$ . La variable  $C_m$  est la concentration maximale qui est pondérée par la constante  $P_1$  afin de traduire la surconcentration liée à l'ancrage en surcontrainte. Les constantes  $P_2$  et  $\alpha$  définissent la dépendance de l'ancrage avec la déformation plastique cumulée  $p$ . Elles introduisent la notion de dépendance du phénomène de vieillissement avec le rôle des arbres de la forêt (plus il y a de dislocations, plus l'ancrage est facile).

Le processus de ségrégation des solutés autour des dislocations temporairement arrêtées, que l'on peut décrire comme une cinétique de « relaxation-saturation » de type Avrami, est donné par la loi d'évolution de  $t_a$  :

$$\dot{t}_a = \frac{t_w - t_a}{t_w} \quad (2.46)$$

avec

$$\begin{aligned} t_w &= \frac{\omega}{\dot{p}} \\ t_a(t=0) &= t_{a0} \end{aligned}$$

La variable  $t_w$  (waiting time) est définie comme le temps d'attente moyen d'une dislocation devant un obstacle. L'incrément de déformation  $\omega$  se produit lorsque toutes les dislocations temporairement ancrées se décrochent de leur obstacle et atteignent l'obstacle suivant. Le temps d'attente  $t_w$  est inversement proportionnel à la vitesse de déformation plastique  $\dot{p}$ . Ainsi, une augmentation de la vitesse de déformation conduit à une diminution de  $t_a$  et donc de  $C_s$  ce qui entraîne une chute de la contrainte d'écoulement ce qui reproduit le phénomène de désancrage.

L'analyse des équations dans le cas uniaxial et en chargement monotone permet de définir simplement la contrainte d'écoulement. L'intégration des équations du modèle, (2.46), à  $\dot{p}$  constant permet la décomposition de la contrainte d'écoulement en différentes contributions. On a :

$$\sigma(p, \dot{p}, t_a) = R_0 + R(p) + \sigma_v(\dot{p}) + R_a(p, t_a) \quad (2.47)$$

– terme de viscosité classique :  $\sigma_v(\dot{p}) = \operatorname{arcsinh} \left[ \frac{\dot{p}}{\dot{\varepsilon}_0} \exp \left( \frac{E_a}{k_B T} \right) \right] \frac{k_B T}{V_a}$

– terme d'écrouissage isotrope :  $R(p) = R_0 + Q [1 - \exp(-bp)] + Hp$

$$- \text{terme de vieillissement} : \begin{cases} R_a(p, t_a) = P_1 C_s = P_1 \{1 - \exp(-P_2 p^\alpha [t_a(p)]^n)\} \\ \{t_a(p)\}_{\dot{p} \text{ constant}} = t_w + (t_{a0} - t_w) \exp\left(-\frac{p}{\omega}\right) \\ t_w = \frac{\omega}{\dot{p}} = \text{cste} \end{cases}$$

Les paramètres sont nombreux mais peuvent être classés selon les termes qu'ils affectent :

- les paramètres de viscosité classique :  $E_a, V_a, \dot{\epsilon}_0$
- les paramètres d'écrouissage :  $Q, b, H, R_0$
- les paramètres du vieillissement :  $t_a, \omega, P_1, P_2, \alpha, n$

Ce modèle sera celui utilisé dans la thèse. Sa présentation plus détaillée et sa formulation modifiée seront faites dans la partie 4. Ce modèle est utilisé historiquement depuis de nombreuses années notamment à travers les travaux de [Graff, 2006, Belotteau, 2009, Wang, 2011].

## 2.4 Conclusion

Dans cette étude bibliographique, les éléments fondamentaux des phénomènes de vieillissement sous déformation pour les métaux et alliages métalliques, plus particulièrement les effets de Lüders, ont été rassemblés. Nous avons recensé les différents phénomènes liés au vieillissement statique. Les mécanismes, les caractéristiques et l'influence de ce phénomène sur le comportement mécanique des métaux ont été mis en évidence. Une attention particulière a été portée sur la description du mécanisme à une échelle microscopique qui doit permettre de mieux appréhender le phénomène à une échelle macroscopique. Deux outils d'études expérimentales sans contact sont présentés : la mesure de champ de température et la méthode de corrélation d'image. Ces deux méthodes permettent d'étudier pleinement les caractéristiques spatio-temporelles des bandes de Lüders d'une manière quantitative notamment sur l'épaisseur, la vitesse de propagation, la déformation plastique portée dans la bande, l'orientation, etc, autant d'informations propres à l'étude de ce phénomène et indispensables à collecter pour une bonne compréhension. Une synthèse a été faite sur les mécanismes et modèles de rupture fragile, inévitablement rencontrés dans la caractérisation de la transition ductile-fragile. Un échantillon des relations résilience-ténacité est exposé dans le but de relier aisément la résilience, obtenue à l'aide d'essai Charpy, avec la ténacité, grandeur dimensionnante. Un recensement détaillé a été fait sur les modèles représentant les phénomènes de vieillissement, physiques et phénoménologiques, afin de présenter l'origine des éléments du modèle KEMC utilisé par la suite.



## Comportement mécanique : étude expérimentale

*L'étude porte sur un acier au carbone – manganèse sensible aux phénomènes de vieillissement sous déformation. Nous nous intéressons plus particulièrement au cas du vieillissement statique sous déformation. Pour étudier le comportement et la rupture de cet acier en présence de vieillissement statique sous déformation, une caractérisation expérimentale du comportement en traction est indispensable. C'est pourquoi des essais mécaniques sont nécessaires pour couvrir la gamme de température dans laquelle intervient la transition ductile–fragile en présence du vieillissement statique. Le domaine de température exploré est compris entre  $-150^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ .*

*La caractérisation expérimentale a plusieurs objectifs. Tout d'abord, elle permet de connaître le comportement et les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié et de quantifier les effets du vieillissement statique sous déformation. La caractérisation expérimentale permet également de fournir des données qui seront utiles pour notamment identifier les paramètres de la loi de comportement utilisée dans l'étude.*

### 3.1 Présentation de l'acier A42

---

L'acier étudié est un acier au carbone-manganèse non allié utilisé dans les circuits secondaires des centrales nucléaires à eau pressurisée. On le retrouve principalement dans le circuit d'alimentation en eau des générateurs de vapeur (circuit ARE) et dans l'alimentation de secours des GV (circuit ASG). Ces tubes sont soumis, en conditions de fonctionnement, à une pression de l'ordre de 70 à 80 bars et à des températures légèrement supérieures à  $0^{\circ}\text{C}$  jusqu'à  $280^{\circ}\text{C}$ . L'acier A42 utilisé ici provient d'une tôle d'épaisseur 40 mm (dimensions initiales  $2000 \times 1000$  mm). La tôle porte le repère magasin T160 dans le cadre du [PEX 1721/A1, 2010]. Ces aciers sont divisés en deux sous catégories avec la désignation A42 pour les tôles et TU42 pour les tubes sans soudure. Ils sont mis en forme par laminage à chaud. Les aciers au carbone–manganèse sont des aciers d'usage général. Ce sont des aciers hypo-eutectoïde constitués essentiellement de fer, dont la dureté à l'état pur est faible, contenant des éléments durcissants en solution solide d'insertion ou de substitution. Au-delà d'une certaine quantité de ces éléments, de nouvelles phases sont créées par précipitation.

La désignation de l'acier étudié est A42 selon la norme NF EN 10-216 et n'a pas d'équivalence selon la norme ASTM mais la norme approchante est A106GrB. Ces types d'aciers non alliés sont généralement utilisés en chaudronnerie pour les tuyauteries et choisis pour leur bonne soudabilité.

#### 3.1.1 Composition chimique

L'acier A42 a fait l'objet d'une caractérisation chimique dans le [PEX 1695/A0, 2009]. Les résultats de cette analyse sont présentés dans le tableau 3.1. L'acier A42 est très proche de l'acier TU48C étudié dans les thèses de [Belotteau, 2009, Wang, 2011] mais en



C	N	Al	Si	P	S	V	Cr	Mn	Ni	Cu	Nb	Mo	Sn
0.15	0.004	0.019	0.19	0.034	0.021	<0.002	0.034	0.73	0.05	0.041	<0.002	0.006	0.003

TAB. 3.1 – Composition chimique en % massique de l'acier A42 étudié (T160).

comparaison à ce dernier, l'acier TU42C présente des teneurs en carbone et manganèse différentes ainsi que des propriétés mécaniques en-dessous de l'acier TU48C. L'acier A42 est un acier semi-calmé au silicium qui contient très peu d'aluminium pouvant former des nitrures d'aluminium (AlN). Aussi, de l'azote libre subsiste dans le réseau cristallin, rendant cet acier sensible au phénomène de vieillissement sous déformation. En effet, dans les aciers au C–Mn, les éléments interstitiels qui participent aux phénomènes de vieillissement sont les atomes de carbone et d'azote. La présence du carbone dans les aciers est liée au mode d'élaboration (affinage de la fonte) et à son caractère durcissant. Lors d'un refroidissement relativement lent, une partie de l'austénite se transforme en ferrite, puis au passage de la température de transformation eutectoïde, le reste de l'austénite se transforme en perlite. Le reste du carbone précipite principalement dans ces aciers sous forme de cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) en général sous forme de perlite. Le taux de perlite dépend de la teneur en carbone. L'autre élément qui peut être présent en solution solide d'insertion est l'azote qui reste présent quel que soit le procédé d'élaboration. Le taux d'azote en insertion dépend de la vitesse de refroidissement (et des traitements thermiques ultérieurs : revenu, traitement thermique de détensionnement,...) et surtout de la teneur en aluminium de l'acier.

### 3.1.2 Microstructure

La microstructure de l'acier A42 est formée de ferrite et de perlite. Des micrographies sur le matériau ont permis de mettre en évidence cette microstructure. Des observations ont été réalisées dans les 3 directions : sens long (L), sens travers (T), sens normal au plan de la tôle (S) selon la figure 3.1. La figure 3.2 montre à une échelle assez fine les grains de ferrite en clair et les grains de perlite plus foncés. La structure se présente sous forme de « couches » alternées de ferrite et de perlite issues du procédé de mise en forme par laminage. La périodicité des bandes est relativement constante à coeur avec un affinement concomitant du grain ferritique au voisinage des peaux. Le grain ferritique apparaît équiaxe dans les deux plans LS et TS. La structure apparaît relativement homogène dans l'épaisseur de la tôle sans anomalie particulière. L'attaque révèle une taille de grains relativement homogène de 22 à 31  $\mu\text{m}$ , évaluée selon la norme ISO643 [AFNOR, 2003]. Les inclusions observées sur coupes brutes de polissage, figure 3.3, se présentent sous forme d'alignements de type « sulfures » étirés dans le sens de laminage. Ils sont largement présents à mi épaisseur de tôle, graduellement un peu moins aux quarts-épaisseurs et quasi absents au voisinage des peaux.

## 3.2 Caractérisation du comportement de l'acier A42

Ces essais de traction ont pour but de caractériser le comportement du matériau et notamment les effets de la température et de la vitesse de déformation. Le tableau 3.2 définit la grille d'essais. Deux éprouvettes sont testées par conditions. La gamme de température choisie est de  $-150^\circ\text{C}$  à  $20^\circ\text{C}$ . Les essais ont été réalisés à trois vitesses de déformation différentes :  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

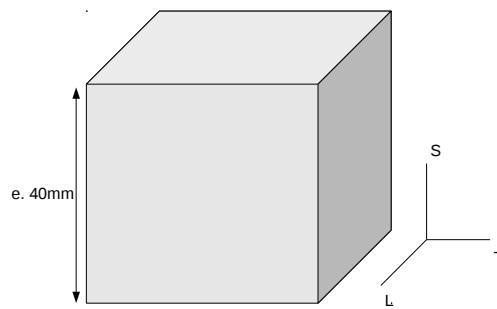
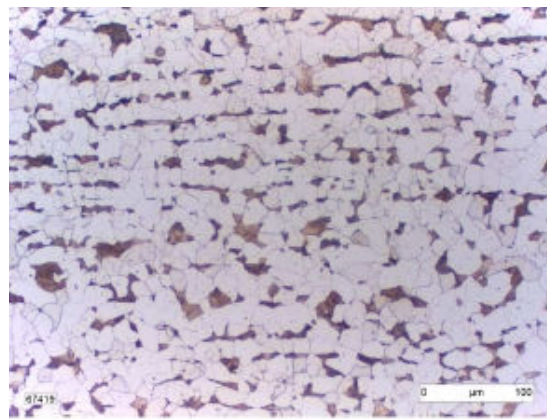
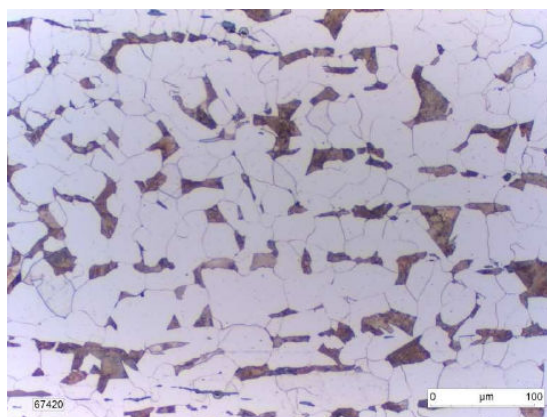


FIG. 3.1 – Sens de prélèvement et d'observation de la microstructure de l'acier A42.



(a)



(b)

FIG. 3.2 – Microstructure de l'acier A42, microscopie optique (attaque nital). (a) : Plan LS au voisinage de la peau supérieure (b) Plan TS à la mi-épaisseur de la tôle.

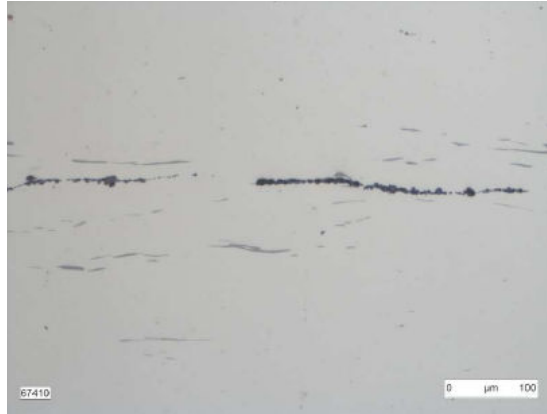


FIG. 3.3 – État inclusionnaire de la tôle à 5mm de la peau inférieure (épaisseur 40 mm) dans le plan LS.

	Température (°C)				
$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	-150	-100	-50	0	20
10 <sup>-5</sup>	✓				✓*
10 <sup>-3</sup>	✓	✓	✓	✓	✓*
10 <sup>-1</sup>	✓				✓*

\* essai doublé avec stéréo-corrélation.

TAB. 3.2 – Matrice des essais de traction simple.

### 3.2.1 Procédure expérimentale

Les essais de traction ont été réalisés au laboratoire d'essais mécaniques de EDF R&D Les Renardières. Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes lisses cylindriques, figure 3.4. Trente éprouvettes ont été prélevées dans la tôle T160. La direction de traction des éprouvettes correspond au sens longitudinal de la tôle. Le plan de prélèvement des éprouvettes est précisé en annexe A. Les éprouvettes TC6 ont une longueur totale de 66 mm, avec une zone utile de 42 mm et un diamètre de 6 mm.

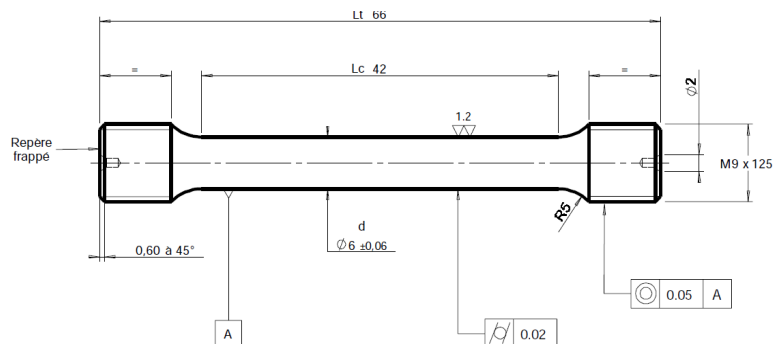


FIG. 3.4 – Plan de définition des éprouvettes de traction (TC6).

Les sollicitations mécaniques sont appliquées à l'aide d'une machine servo-hydraulique MTS de traction-compression asservie par le contrôleur FlexTest SE MTS via un ordinateur. La machine de traction est équipée d'une cellule de force de 25 kN adaptée à l'ordre de grandeur des efforts que l'on mesure. La cellule est calibrée avec la gamme de mesure pleine

échelle de 25 kN, avec une incertitude de mesure de 0.307 % pour ce calibre soit 0.077 kN et 2.7 MPa.

La déformation axiale est mesurée à l'aide d'un extensomètre axial MTS. La base de mesure porte sur 25 mm avec une course de + 12.5 mm/ - 12.5 mm. Cet extensomètre permet donc de mesurer des déformations jusqu'à 50 % mais ne couvre pas toute la zone utile de l'éprouvette.

Le refroidissement est assuré par l'injection d'azote liquide au sein d'une enceinte isotherme. Les températures sont mesurées avec trois thermocouples de type K de diamètre 1 mm. Un thermocouple est placé entre les couteaux de l'extensomètre au centre de la zone utile. Les autres thermocouples sont situés sur les têtes d'amarrage à proximité des têtes de l'éprouvette. La faible longueur de la zone utile ne permet pas de placer les trois thermocouples sur l'éprouvette.

Pour les sollicitations mécaniques, le pilotage de l'essai est assuré par un ordinateur muni du logiciel TestWork 4 de MTS qui permet de piloter les essais en force, en déplacement du vérin ou en déformation (via l'extensomètre) et d'appliquer des chargements plus ou moins complexes suivant les besoins de l'étude.

Pour les sollicitations thermiques, l'asservissement est réalisé par un régulateur de température PYROX. Ce dernier délivre une consigne à l'enceinte, proportionnelle à la température voulue, il récupère ensuite la mesure d'un thermocouple pour asservir la boucle de retour.

Enfin, une carte d'acquisition MTS FlexTest SE permet d'enregistrer trois grandeurs en fonction du temps : l'effort appliqué à l'éprouvette, le déplacement de la traverse et la déformation mesurée par l'extensomètre. L'acquisition numérique des signaux des trois thermocouples est réalisée via un ordinateur sous National Instruments compact DAQ .

Pour chaque température étudiée, les essais sont pilotés par la vitesse de déplacement du vérin. Afin de mettre en évidence les phénomènes associés à la viscosité du matériau et à la température, des essais sont réalisés à trois vitesses de sollicitation différentes :  $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  pour  $-150^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ . Pour la vitesse de sollicitation,  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , toutes les températures de  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $20^{\circ}\text{C}$  sont testées pour observer l'évolution du phénomène de vieillissement statique en fonction de la température.

La longueur entre les mors de l'éprouvette étant de 52 mm (longueur utile : 42mm), on calcule la vitesse de déplacement du vérin à partir de :

$$\begin{aligned} d\varepsilon &= \frac{dL}{L} \\ \dot{\varepsilon} &= \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{L(t)} \frac{dL}{dt} \approx \frac{1}{L_0} v \\ v &= L_0 \dot{\varepsilon} \end{aligned} \quad (3.1)$$

Vitesse de déformation ( $\text{s}^{-1}$ )	vitesse de vérin (mm/s)	vitesse de vérin (mm/min)
$10^{-5}$	0.00052	0.0312
$10^{-3}$	0.052	3.12
$10^{-1}$	5.2	312

TAB. 3.3 – Équivalence vitesse de déformation visée–vitesse de vérin appliquée.

La raison du pilotage de l'essai suivant la vitesse du vérin et non selon l'extensomètre est que l'on peut s'affranchir de toute perturbation liée au phénomène de Lüders et à la

localisation de la déformation. Ces derniers peuvent avec un pilotage par extensomètre perturber la boucle d'asservissement, ce qui a été observé au cours d'essais tests.

### 3.2.2 Comportement en traction quasi-statique

Les résultats issus des essais de traction sont présentés sur les figures 3.5–3.8 et dans les tableaux 3.4 et 3.5. La limite supérieure d'élasticité (upper yield point) est la contrainte maximale suivant le régime élastique où la déformation est encore homogène. À partir de ce point, les bandes de Lüders se forment localement au sein de l'échantillon et la force chute jusqu'à la limite basse (lower yield point). En outre, l'extension de ce plateau se déroule à un niveau de chargement relativement constant dû à la propagation des bandes de Lüders. La déformation dans l'échantillon est fortement inhomogène à ce stade. En poursuivant le chargement, les bandes de Lüders se propagent sur toute la longueur de l'éprouvette jusqu'à ce que la longueur utile soit intégralement remplie. Le niveau de déformation coïncidant avec cet instant est appelé la déformation de Lüders. Au-delà de ce niveau de déformation, la déformation devient homogène.

Le matériau montre un pic d'élasticité pour tous les essais où en général la limite haute et basse d'élasticité diminuent avec la vitesse de déformation. Par ailleurs, la hauteur du pic et la longueur du palier sont largement influencés par la température. Ces derniers augmentent avec la température qui diminue. En examinant de près les courbes sur la figure 3.5, on peut remarquer l'existence d'un plateau à toutes les températures. La longueur du plateau est deux fois plus longue à  $-150^{\circ}\text{C}$  qu'à la température ambiante, et la hauteur du pic augmente fortement alors que la température diminue. À température ambiante, la hauteur du pic par rapport à la contrainte équivalente au niveau du plateau est autour de 25 MPa tandis qu'à  $-150^{\circ}\text{C}$ , cette dernière est presque de 95 MPa.

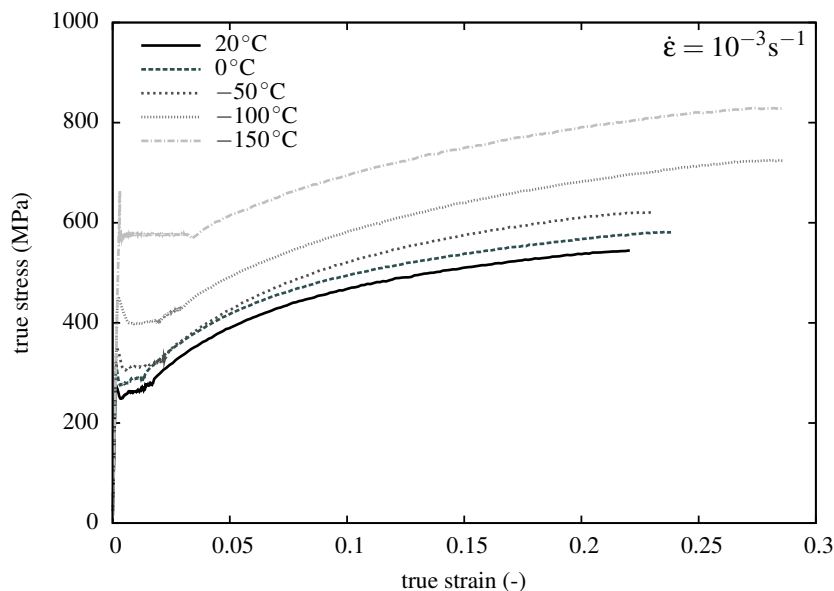


FIG. 3.5 – Courbes contrainte-déformation mesurée par l'extensomètre à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  de  $20^{\circ}\text{C}$  à  $-150^{\circ}\text{C}$ .

Les courbes de traction expérimentales ont été tracées à chaque température avec l'ensemble des données expérimentales pour la vitesse de déformation à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Sur la figure 3.5, on constate globalement un allongement à la rupture « apparent » qui

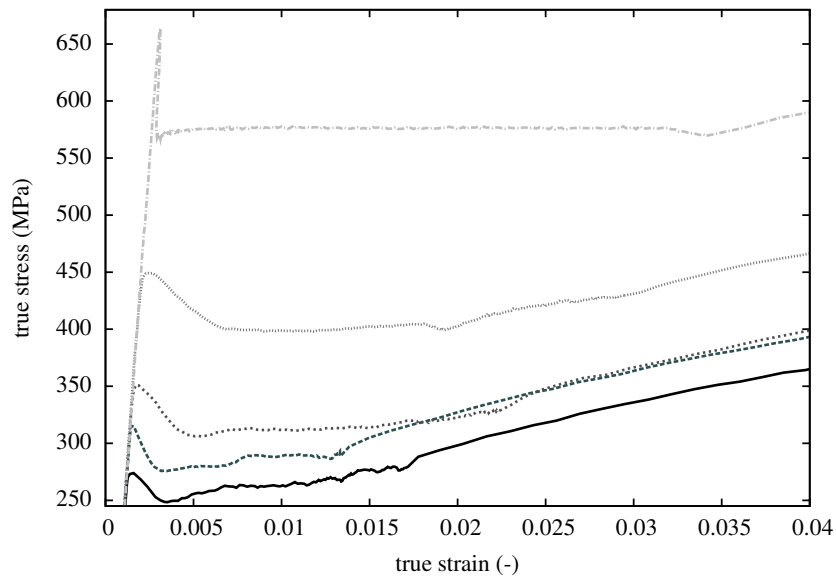


FIG. 3.6 – Pic et palier de Lüders sur les courbes de traction de 20°C à -150°C à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

TAB. 3.4 – Résultats des essais de traction pour différentes températures à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Temperature (°C)	Upper yield (MPa)	Lower yield (MPa)	Lüders strain (%)
20	273.8	248.4	1.55
0	315.1	275.7	1.18
-50	351.2	306.8	2.04
-100	449.2	397.7	2.67
-150	663.9	569.7	3.1

augmente lorsque la température diminue.

La sensibilité à la vitesse de déformation est positive (voir figure 3.8). La figure 3.6 montre un zoom sur le pic et le plateau de Lüders. On peut remarquer sur la figure 3.7 et dans le tableau 3.4 que pour la vitesse de déformation égale à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  la hauteur du pic mais également la longueur du palier de Lüders augmentent quasiment linéairement entre 20°C et -100°C. Le même effet est constaté avec la vitesse de déformation (voir tableau 3.5).

TAB. 3.5 – Résultats des essais de traction pour différentes vitesses de déformation à température ambiante.

Strain rate ( $\text{s}^{-1}$ )	Upper yield (MPa)	Lower yield (MPa)	Lüders strain (%)
$10^{-5}$	285.4	251.7	1.54
$10^{-3}$	273.8	248.4	1.55
$10^{-1}$	367.6	309.2	2.42

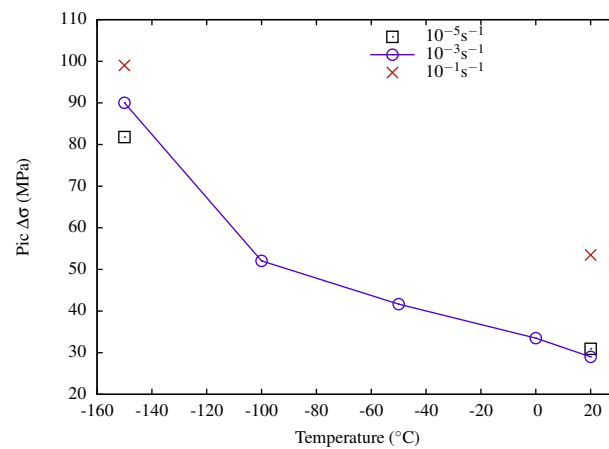


FIG. 3.7 – Intensité du pic de Lüders en fonction de la température de 20°C à -150°C avec les 3 vitesses de déformation :  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

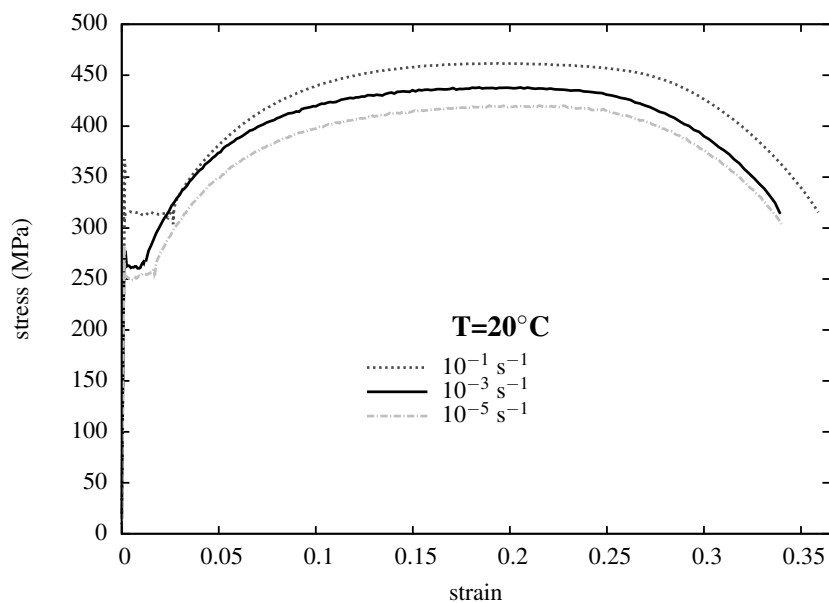


FIG. 3.8 – Courbes contrainte-déformation pour les 3 vitesses de déformation,  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  à 20°C.

### 3.2.3 Influence de la méthode de mesure de la déformation lors des essais de traction

La figure 3.9 met en évidence l'importance de la méthode de mesure de la déformation axiale. La longueur de mesure de l'extensomètre est de 25 mm tandis que la longueur utile de l'éprouvette est de 42 mm. Par conséquent, si la bande de Lüders s'initie en dehors de la zone utile de l'extensomètre, l'évolution de la déformation causée par le phénomène de localisation de la déformation de Lüders n'est pas enregistrée. Lorsque la bande arrive dans la zone de mesure de l'éprouvette, la déformation axiale mesurée devient par contre supérieure à la déformation moyenne totale. Si au contraire la déformation est estimée en utilisant la donnée du déplacement du vérin, la totalité de la longueur utile de l'éprouvette est prise en compte et l'intégralité de l'initiation et de la propagation des bandes de Lüders sont captées. La déformation basée sur le déplacement du vérin nécessite cependant d'être corrigée en tenant compte de la rigidité machine estimée à partir de la mesure de la déformation élastique issue de l'extensomètre.

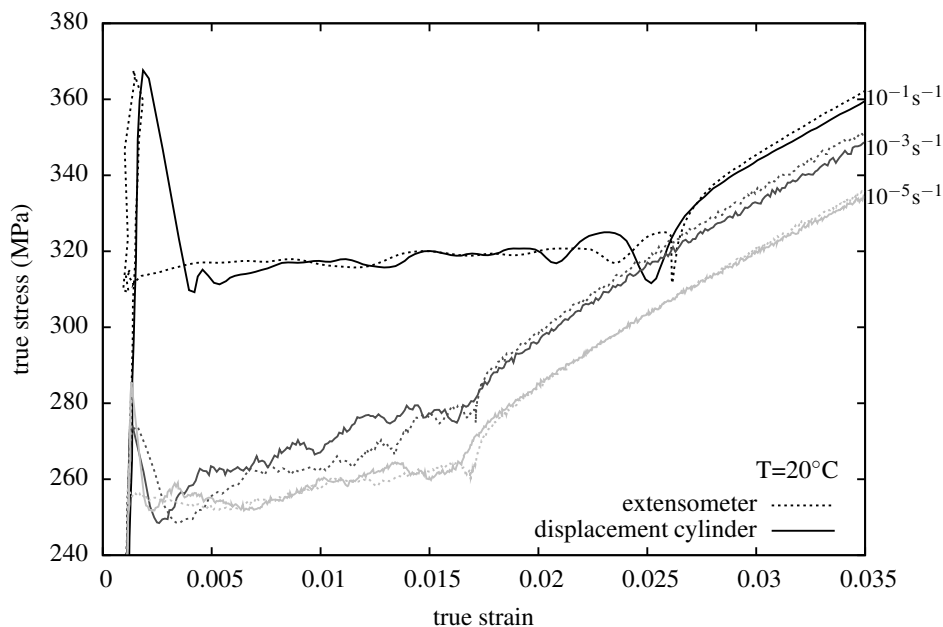


FIG. 3.9 – Courbes contrainte-déformation à 20°C pour les 3 vitesses de déformation – calcul de la déformation par l'extensomètre et par le déplacement du vérin.

### 3.2.4 Analyse des résultats

Les essais de traction ont permis de construire une base de données essentielle pour la suite de l'étude. Tous les essais ont été au minimum doublés afin de s'assurer de la bonne reproductibilité des résultats. Le comportement du matériau a été étudié dans une large gamme de température et à des niveaux de vitesses de déformation différents. Il est indispensable de connaître le comportement dans toutes ces conditions pour adapter et développer le modèle de comportement adéquat. La sensibilité à la vitesse de déformation est classique et positive. La sensibilité du palier et du pic de Lüders à la vitesse de déformation n'est pas explicite. La hauteur du pic en contrainte et la longueur du palier sont plus prononcées à la plus haute vitesse de déformation mais le différentiel entre les deux autres vitesses inférieures ne permet pas de dégager une tendance générale sur l'influence de la





de mesurer des déformations jusqu'à 10 %. L'extensomètre est calibré avec une incertitude de mesure de 0.25 % pour ce calibre.

Pour les sollicitations mécaniques, le pilotage de l'essai est assuré par un ordinateur muni du logiciel Rubicon 825 de DMG qui permet de piloter les essais en force, en déplacement du vérin ou en déformation (via l'extensomètre) et d'appliquer des chargements plus ou moins complexes suivant les besoins de l'étude.

Enfin, une carte d'acquisition Rubicon DMG permet d'enregistrer trois grandeurs en fonction du temps : l'effort appliqué à l'éprouvette, le déplacement de la traverse et la déformation mesurée par l'extensomètre.

Ces essais sont pilotés à l'aide de l'extensomètre. Une déformation de + ou - 5 % est appliquée. Le pilotage en extensomètre pose un problème avec les matériaux présentant des phénomènes de Lüders. L'extensomètre se trouve perturbé lors du passage des bandes de Lüders ce qui rend la réponse de la machine incohérente. Mais ce mode de pilotage a été conservé car il est difficile à cause de la géométrie de l'éprouvette de piloter l'essai avec le déplacement du vérin et de s'assurer de bien viser le niveau de déformation de 5 % souhaité.

Pour ces essais, le vieillissement intermédiaire a été réalisé en démontant l'échantillon du système et en le chauffant à 250°C pendant 30 minutes. L'échantillon refroidi à l'air libre est ensuite prêt pour la seconde déformation. La matrice des essais est détaillée dans le tableau 3.6.

	1 <sup>er</sup> chargement		vieillissement thermique	2 <sup>ème</sup> chargement	
	traction	compression	30 min à 250°C	traction	compression
TVT <sub>a</sub>	20°C	–	✓	20°C	–
TVT <sub>c</sub>	-100°C	–	✓	20°C	–
TC	20°C	–	–	–	20°C
TVC	20°C	–	✓	–	20°C

TAB. 3.6 – Matrice des essais de traction–compression à  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.3.2 Résultats des essais de « traction/compression »

Différents trajets de chargement sont combinés et analysés dans cette partie. L'objectif est de mieux comprendre et pouvoir décrire par la suite avec la modélisation les phénomènes observés expérimentalement. La figure 3.11 expose tout d'abord un essai de traction à 5 % de déformation suivi d'un trajet en compression pour un même niveau de déformation. Pour une meilleure comparaison, la seconde partie est tracée en valeur absolue de la contrainte en fonction de la déformation cumulée. Un fort effet Bauschinger est constaté lors de l'inversion du trajet de chargement entre la partie positive et la partie négative. Le comportement en traction monotone issu de la partie 3.2.2 est confronté à cet essai de traction-compression. Au-delà du fort effet Bauschinger constaté pour la partie en compression, le taux d'écrouissage est plus important comparé au comportement monotone.

La figure 3.12 confronte le même essai que précédemment, traction-compression, et un essai de traction-compression identique mais avec une phase de vieillissement de l'éprouvette entre les deux trajets de chargement. La première phase de chargement en traction est identique entre les deux essais. Le vieillissement thermique de l'échantillon avant la deuxième phase de chargement en compression révèle un pic et un plateau sur la courbe. Le taux d'écrouissage se trouve encore plus important que pour l'essai non-vieilli. Ces résultats sont en opposition à ceux de [Taupin, 2007] qui a mené le même genre d'essai (traction–compression) mais qui ne retrouve pas de pic et de plateau de Lüders dans le second trajet

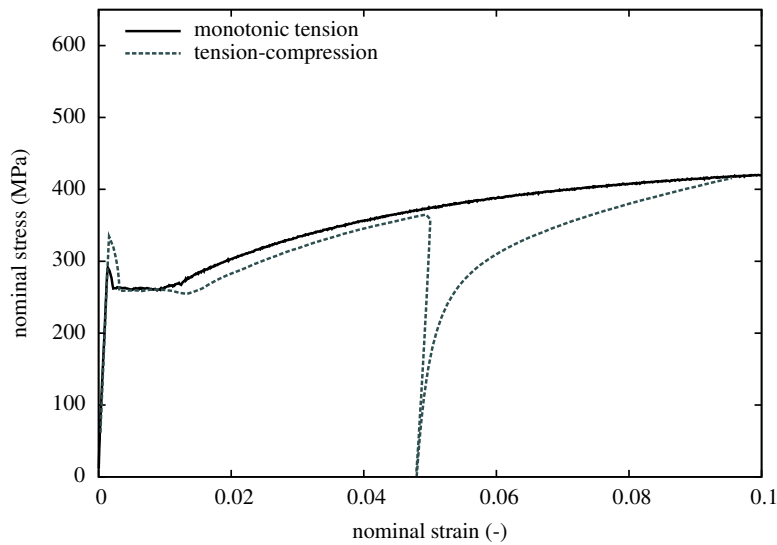


FIG. 3.11 – Essai de traction monotone simple – traction-compression.

de chargement en compression après le vieillissement intermédiaire.

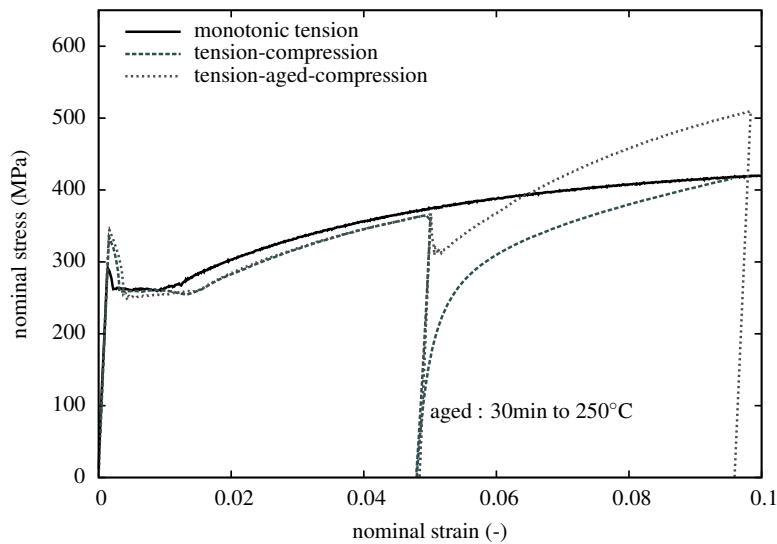


FIG. 3.12 – Essai de traction-compression – traction-vieillessement-compression.

Dans la continuité, un essai de traction puis traction avec vieillissement intermédiaire est exposé sur la figure 3.13. Le deuxième chargement en traction présente un sur-écrouissage rémanent. Cependant, le taux d'écrouissage semble presque identique au comportement monotone. L'écrouissage rémanent pourrait s'expliquer par la précipitation de carbures de cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) qui se trouve accélérée par la déformation. Ce comportement a déjà été observé par [Elliot et al., 2004] sur des tests en torsion. Un second essai est réalisé où la phase de pré-déformation initiale est menée à une température de  $-100^\circ\text{C}$  avant de subir comme l'essai précédent un vieillissement puis une nouvelle traction. Le sur-écrouissage observé sur l'essai pré-déformé à la température ambiante a disparu et le pic est quasiment inexistant. La figure 3.14 synthétise tous les essais à différents trajets de chargements effectués.

D'autres courbes comparatives sont disponibles en annexe B.

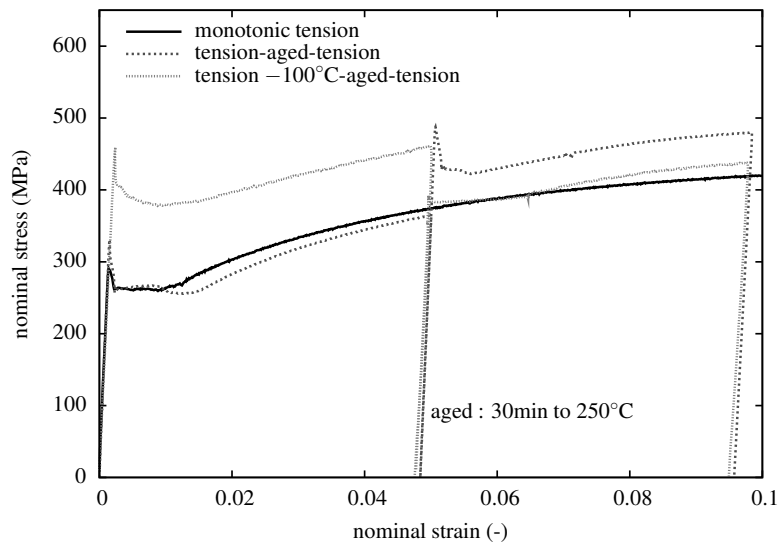


FIG. 3.13 – Essai de traction monotone simple – traction-vieillessement-traction.

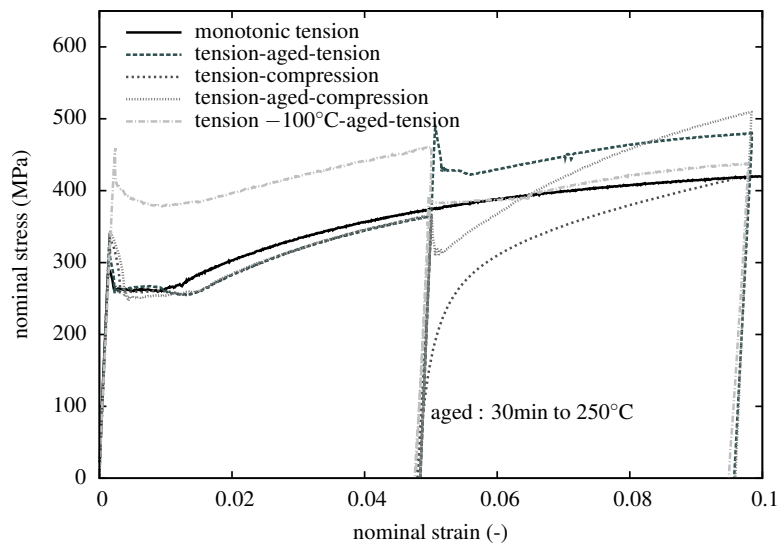


FIG. 3.14 – Synthèse des essais de traction-compression.

### 3.3.3 Analyse des résultats

Cette campagne d'essais a permis de mettre en avant l'influence du trajet et de l'historique de chargement sur le comportement du matériau A42 et notamment sur la manifestation du phénomène de Lüders. La première pré-déformation présente toujours un pic et un palier à la fois en traction et en compression, à température ambiante ou à basse température (voir annexe B). L'objectif de cette étude porte sur la seconde partie de la déformation. En compression, sans démontage, sans vieillissement de l'éprouvette, un fort effet Bauschinger est observé sans aucun pic et palier. Or, si l'éprouvette est démontée et vieillie avant la seconde déformation, un pic et un palier sont présents sur la figure 3.12. Ces résultats contrastent avec ceux obtenus par [Taupin, 2007] qui n'observait aucun pic et/ou palier sur un acier doux en compression après vieillissement. Par ailleurs, le taux d'écrouissage en compression est plus fort que celui identifié en traction.

Le chargement en traction-vieillissement-traction présente également des résultats intéressants. La première phase de pré-déformation en traction reste standard et identique à celle comparée à un essai de traction monotone à la dispersion expérimentale près. Dans la seconde partie de l'essai après vieillissement, un pic et un palier sont bien observés mais le niveau d'écrouissage est bien supérieur au niveau précédent le vieillissement. Ce sur-écrouissage peut s'expliquer par la précipitation de carbures de cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) présents dans le matériau qui se trouveraient accélérés par la déformation mais cette hypothèse resterait à vérifier par des observations micrographiques au sein du matériau.

La diffusion des atomes en solution solide dans le matériau sur les dislocations est préférentiellement faite sur les dislocations coins (pression hydrostatique plus forte). Or la pré-déformation à basse température ne développe et n'arrange pas les dislocations de la même manière qu'à la température ambiante, plus de dislocations vis sont formées à froid. C'est pourquoi la déformation suivante après vieillissement ne montre pas de sur-écrouissage et peu de pic. L'historique du trajet de chargement et des conditions de sollicitation ont un effet important sur le comportement du matériau.

## 3.4 Mesures de champs

---

### 3.4.1 Procédure expérimentale

Les images de la surface de l'échantillon sont collectées et un système de corrélation d'images est utilisé. Le principe de la corrélation d'images est basé sur le fait que la distribution des valeurs de niveau de gris d'un secteur rectangulaire, par exemple, dans l'image initiale correspond à la distribution des valeurs de niveau de gris du même secteur dans l'image de destination. Le calcul du champ de déformation est réalisé par le logiciel VIC3D (VI3D and Correlated Solutions Incorporated). La méthode est basée sur les opérations suivantes :

1. discrétisation d'une image, appelée « région d'intérêt » (ROI) en petites zones appelées « zones d'intérêt » (ZOI).
2. utilisation de la fonction de corrélation pour chaque ZOI entre l'image déformée et l'image de référence, en vue de calculer son déplacement (en pixels).
3. calcul direct du champ de déformation associé. Les points 1) et 2) sont répétés pour chaque image déformée.

Le système 3D utilise 2 caméras CDD de 4 mégapixels connectées par Firewire au système informatique de collecte de données. Jusqu'à 4 images par seconde sont enregistrées et celles-ci sont synchronisées avec le chargement et le déplacement du vérin. Tous les

éléments du système utilisé sont montrés en figure 3.15. Les caméras ont une distance focale de 50 mm. L'analyse de la déformation est basée sur des tailles d'images (ZOI) de 15 par 15 pixels pour la corrélation et un pas de recouvrement de 6 pixels entre le centre des images. La technique de corrélation d'images renseigne ainsi sur le niveau de déformation dans une ou plusieurs bandes de Lüders mais également sur l'orientation et sur le front de bande de celles-ci. La déformation de Lüders est déterminée de la même manière que [Wenman and Chard-Tuckey, 2010].

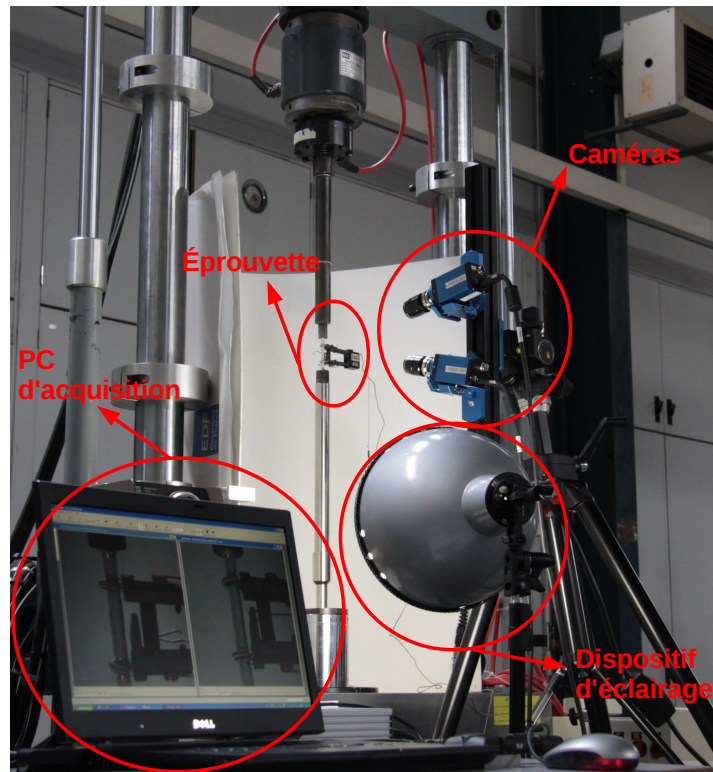


FIG. 3.15 – Dispositif expérimental de mesures de champs utilisé pour les essais de traction monotone quasi-statique.

### 3.4.2 Observation et propagation des bandes de Lüders

La figure 3.16 montre les iso-valeurs de la composante de la déformation axiale pour trois instants différents dans le temps au cours de la propagation de la bande de Lüders pour l'essai de traction à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à température ambiante. Des profils de déformation le long d'une ligne verticale traversant les bandes de Lüders sont également présentés. La bande s'initie au centre de l'échantillon. Le front de la bande est orienté à environ  $55^\circ$  de l'axe de traction et se déplace de part et d'autre jusqu'à remplir intégralement le fût de l'éprouvette. Ces mêmes profils de déformation montrent plusieurs sauts et irrégularités qui laissent penser à la formation de bandes multiples de Lüders ou encore au changement d'orientation des bandes qui peut se produire dans des éprouvettes cylindriques. Il n'y a pas de réelle discontinuité mais plutôt une zone « diffuse » sur le front de bandes de l'ordre de quelques millimètres. D'autres essais de traction couplés aux mesures de champs sont présentés en annexe C.

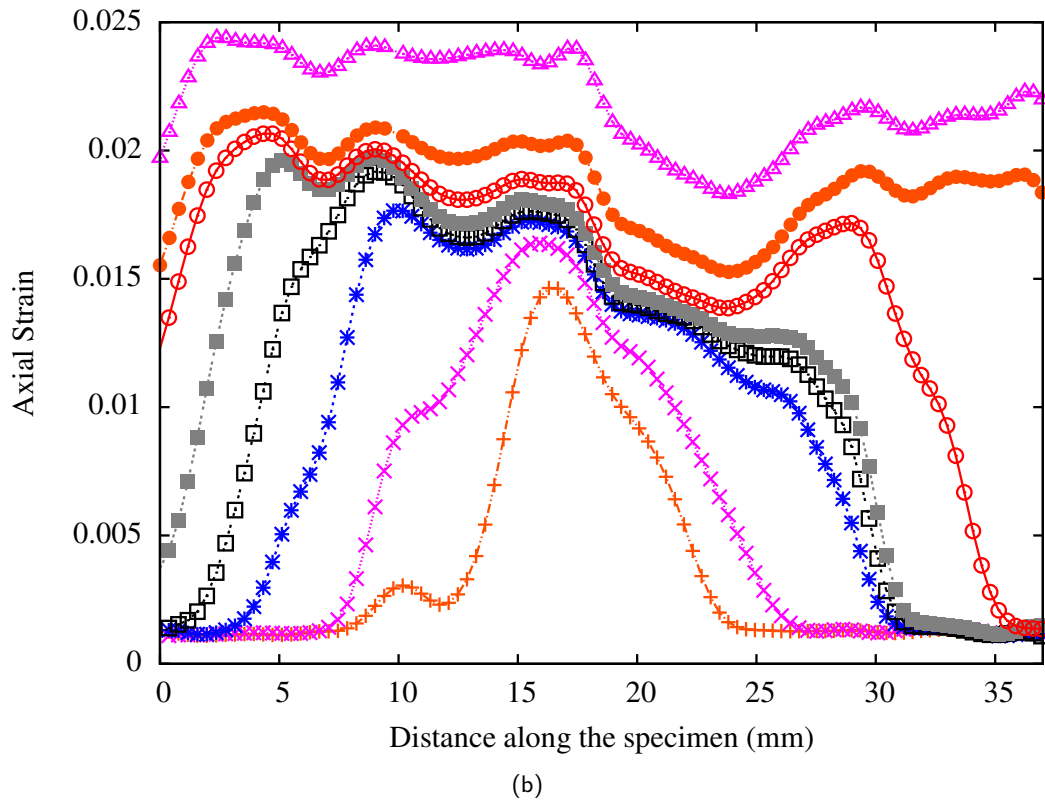
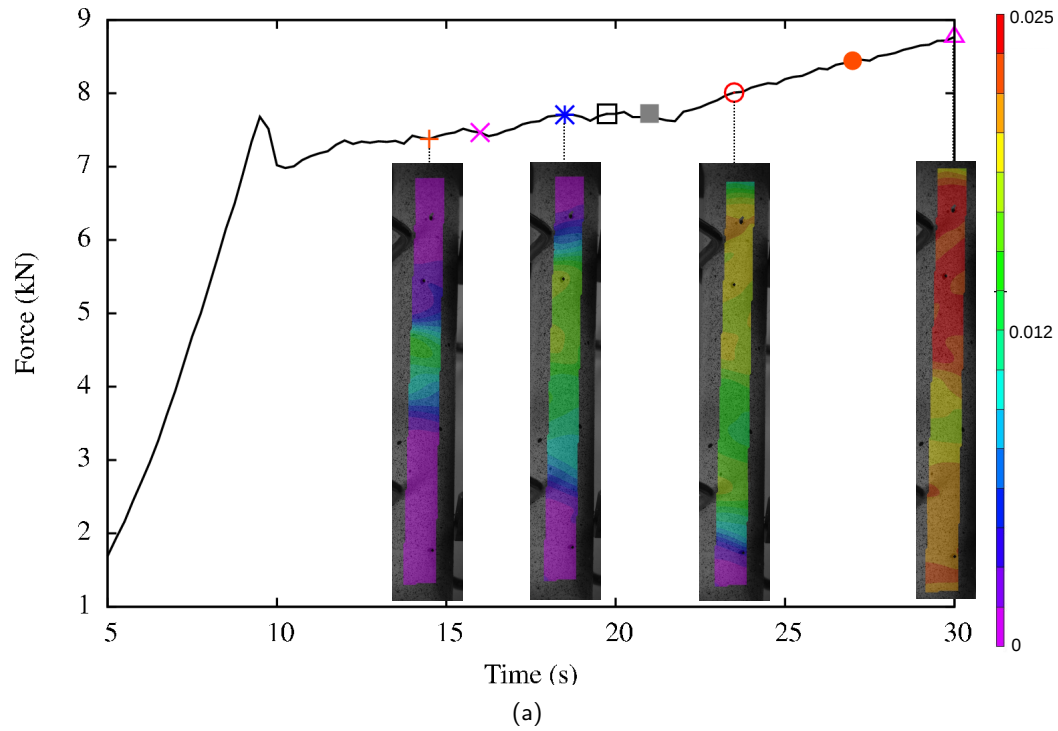


FIG. 3.16 – (a) Courbe force-temps pour un essai de traction avec corrélation d'images accompagnée des profils de déformation dans la direction verticale pour 3 instants donnés dans la direction verticale pour l'éprouvette testée à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ; (b) profil de la déformation axiale le long d'une ligne verticale issue des champs de déformation pour 6 instants donnés.



### 3.5 Étude d'essais de « désancrage »

Cette étude porte sur des essais dits de « désancrage ». Le vieillissement est dû à l'ancrage des atomes en solution solide dans le réseau par diffusion sur les dislocations. L'objectif est donc à travers des essais de type « vibratoire » d'essayer de désancrer ces atomes et d'observer l'influence de ces essais de fatigue à bas niveau de contrainte sur le comportement en traction de l'acier A42.

#### 3.5.1 Procédure expérimentale

La procédure expérimentale utilisée pour ces essais de désancrage est identique à la procédure utilisée pour les essais à différents trajets de chargement de la partie 3.3. Ces essais sont également réalisés au sein du laboratoire d'essais mécaniques de fatigue de EDF R&D Les Renardières sur les mêmes machines et avec les mêmes éprouvettes que dans la partie 3.3.

#### 3.5.2 Résultats des essais de fatigue et de traction associés

Le principe de ces essais est de charger en fatigue entre un niveau de charge maximale situé sous le pic et une charge minimale, durant un relativement grand nombre de cycles. Puis on effectue un essai de traction monotone afin d'observer s'il y a toujours la présence d'un pic ou non.

Les essais de fatigue sont menés à différents niveaux de chargement imposés répertoriés dans le tableau 3.7. L'objectif est de voir l'influence du niveau de chargement à la fois sur l'évolution des boucles en élasticité et également sur le comportement global en traction du matériau. Le rapport de charge est constant et pris égal à  $-1$  pour tous les essais de fatigue. La fréquence est de 1 Hz soit équivalente à 1 cycle/s. Le nombre de cycles total varie en fonction de l'observation de l'évolution des boucles d'hystérésis au cours du temps.

TAB. 3.7 – Synthèse des essais de fatigue de désancrage.

Dénomination	Niveau chargement (MPa)	Nbre de cycles
<i>fl1</i>	258	1000
<i>fl2</i>	230	2000
<i>fl3</i>	200	1000
<i>fl4</i>	200	90803

La figure 3.17 montre l'évolution des boucles d'hystérésis au cours du temps. Pour une plus grande clarté dans la visualisation, tous les cycles ne sont pas tracés. Les premiers cycles sont très fermés et la déformation est purement élastique dans les premiers cycles. Très tôt, la boucle s'ouvre à partir du vingtième cycle jusqu'à se stabiliser à une largeur d'ouverture donnée de l'ordre de 0,4% de déformation. Le niveau de chargement macroscopique est égal à 258 MPa, ce qui correspond au niveau en contrainte du palier de déformation de Lüders comme représenté sur la figure 3.21.

Comme pour la figure 3.17, la figure 3.18 montre l'évolution des boucles d'hystérésis au cours du temps mais pour un niveau de chargement égal à 200 MPa. La figure 3.18(a) correspond à un nombre de cycles total égal à 1000 tandis que la figure 3.18(b) correspond à un nombre de cycles total de 90803. Dans les deux cas, les boucles d'hystérésis restent très fermées et élastiques mais pour le grand nombre de cycles, la largeur de boucle a tendance à être légèrement supérieure à celle observée pour le nombre total de 1000 cycles.



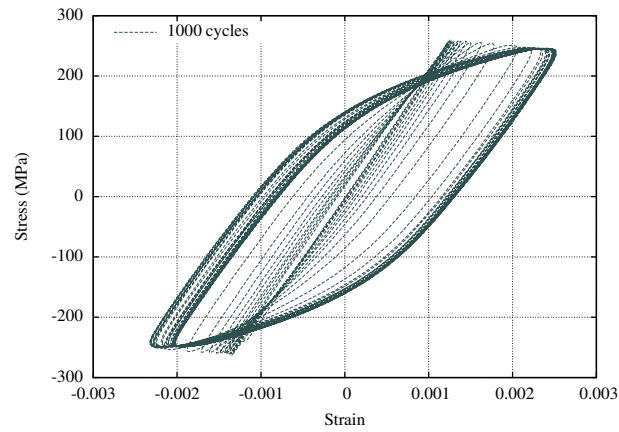


FIG. 3.17 – Évolution des boucles d'hystérésis pour l'essai *fl1*, 1000 cycles (tous les cycles ne sont pas tracés).

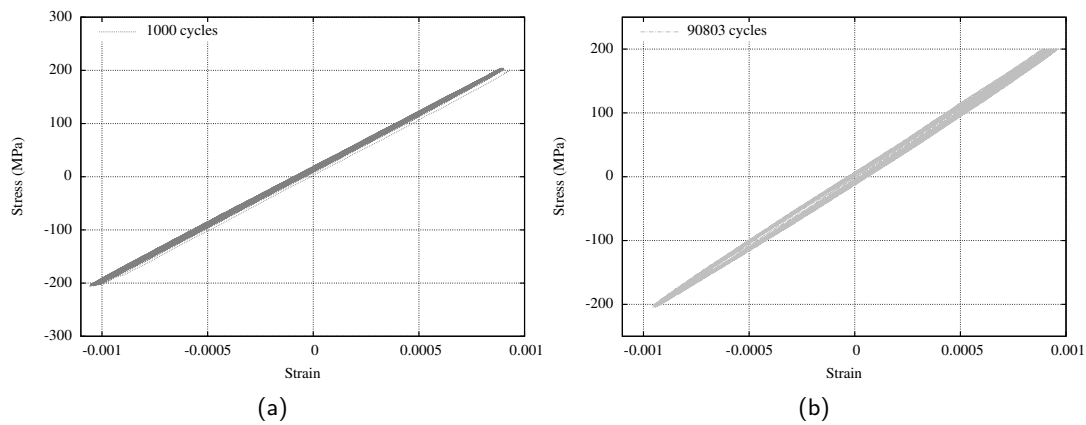


FIG. 3.18 – Évolution des boucles d'hystérésis pour (a) essai *fl3*, 1000 cycles ; (b) essai *fl4*, 90803 cycles (tous les cycles ne sont pas tracés).

La dernière figure 3.19 expose comme les autres figures, l'évolution des boucles d'hystérésis pour le niveau de chargement intermédiaire. Les boucles s'ouvrent à partir d'un certain nombre de cycles mais restent moins importantes que pour la figure 3.17 concernant l'essai *fl1*.

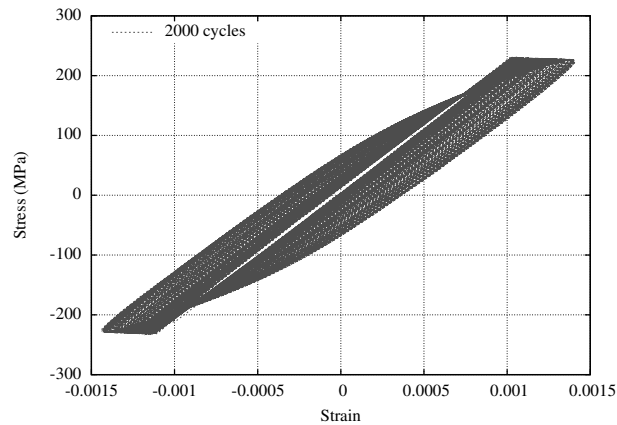


FIG. 3.19 – Évolution des boucles d'hystérésis pour l'essai *fl2*, 2000 cycles (tous les cycles ne sont pas tracés).

La figure 3.20 synthétise et résume l'évolution de la déformation lors des boucles d'hystérésis pour les essais de fatigue. On retrouve les trois essais principaux aux trois niveaux de chargement différents. Le dernier essai *fl4* n'est pas représenté car son grand nombre de cycles n'est pas compatible avec l'ordre de grandeur des trois autres essais mais la tendance entre l'essai *fl3* et *fl4* est quasiment identique (pas d'augmentation de  $\Delta\epsilon$ ).

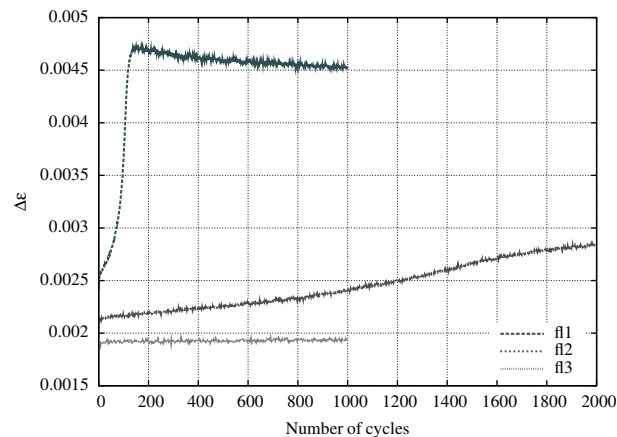


FIG. 3.20 – Synthèse de la progression de la déformation en fonction du nombre de cycles pour chaque essai.

Après chaque essai de fatigue énuméré ci-dessus, un essai de traction est immédiatement effectué pour chaque éprouvette sollicitée en fatigue. Les essais de traction sont donnés sur la figure 3.21. Chaque niveau de chargement en fatigue est rappelé pour chaque type d'essai en fatigue et chaque essai de traction correspondant est tracé en comparaison avec la courbe de référence de l'essai de traction monotone sur le matériau à l'état de réception.

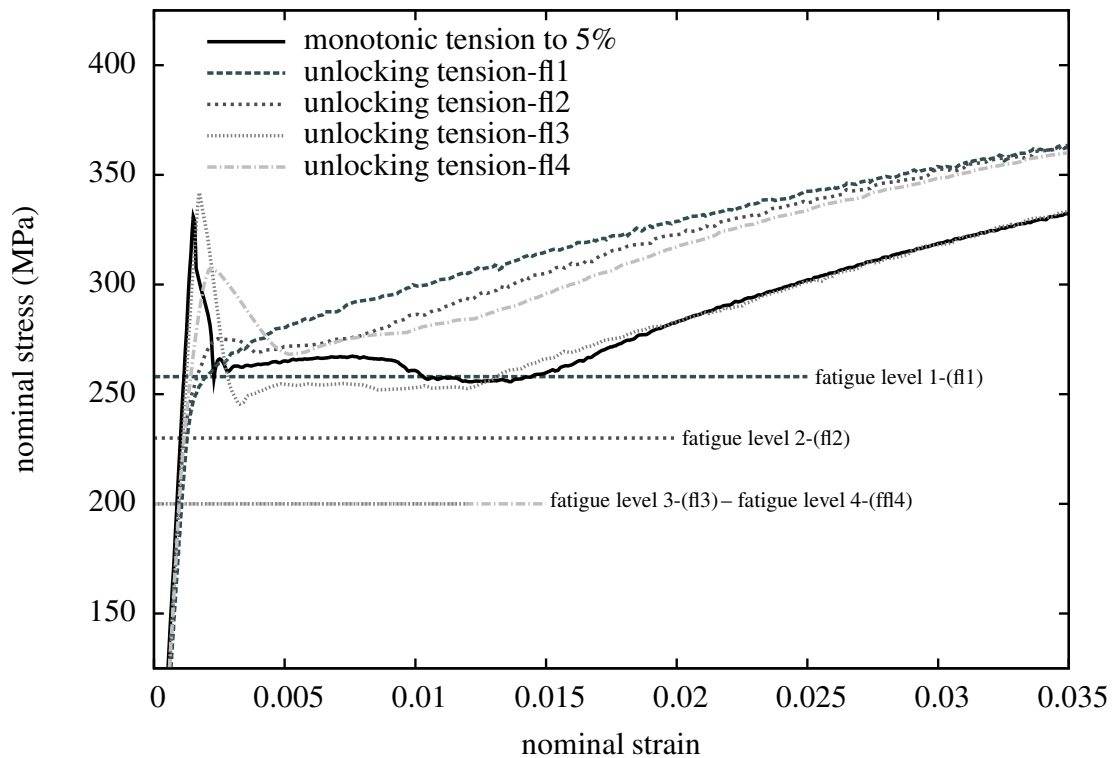


FIG. 3.21 – Synthèse des essais de traction après essais de fatigue et niveau de chargement associé.

### 3.5.3 Analyse des résultats

Ces essais de fatigue suivis d'essais de traction sont très exploratoires mais complètent les informations obtenues jusqu'ici concernant la démarche visant à mieux comprendre la manifestation du phénomène de vieillissement au sein du matériau. On distingue clairement une relation entre le niveau de chargement imposé en fatigue par rapport aux courbes macroscopiques contrainte-déformation en traction. Plus le niveau de chargement imposé est élevé et se rapproche du niveau en contrainte du plateau de Lüders, plus vite on observera une ouverture de la boucle de déformation dès les premiers cycles en fatigue. La conséquence directe de cette ouverture se traduit sur l'essai de traction par une suppression du pic et du palier de Lüders. Cependant le niveau d'écrouissage est supérieur à celui observé pour un essai de traction monotone de référence. C'est pourquoi le niveau de chargement de fatigue imposé a été abaissé dans le but de voir l'influence de ce dernier sur le niveau d'écrouissage global lors de l'essai de traction.

Il semble que le niveau de chargement et le nombre de cycles puissent jouer un rôle quant à la réussite du « désancrage ». Le niveau intermédiaire, *fl2*, présente également une ouverture de boucle mais moins prononcée. L'essai de traction associé à cet essai présente un très léger pic suivi d'un palier toutefois très atténué. Afin de descendre les valeurs limites en chargement imposé, cette valeur pour les deux derniers essais a été prise autour de la valeur parfois appelée micro-limite d'élasticité correspondant à la valeur de la courbe extrapolée sans présence de vieillissement qui serait équivalente à un matériau « rajeuni ». Au vu des observations faites, on pouvait espérer qu'en augmentant le nombre de cycles pour un niveau de chargement imposé plus faible, l'ouverture des boucles serait observée. Or l'effet remarqué est très faible. Finalement il faudrait pour les essais, *fl1* et *fl2* qui se sont ouverts en terme de déformation, estimer la déformation plastique cumulée lors de la

fatigue, puis décaler les courbes de traction correspondantes de la valeur obtenue, ce qui peut expliquer le sur-écrouissage obtenu. Par ailleurs, on constate une légère diminution de la hauteur du pic et de la longueur du palier pour l'essai de traction  $f_{l4}$  mais rien de significatif. La fréquence peut également jouer un rôle, cependant la variation de celle-ci n'a pas été quantifiée.

## 3.6 Conclusion

---

Ce chapitre a été consacré à la caractérisation expérimentale du matériau A42 et à l'observation de son comportement mécanique sous différents chargements. L'acier A42 est un acier semi-calmé au silicium qui contient très peu d'aluminium pouvant former des nitrures d'aluminium (AlN). Par conséquent, des atomes d'azote libres subsistent dans le réseau cristallin. Le matériau est ainsi plus sensible au vieillissement statique. La microstructure de l'acier A42 est formée de ferrite et de perlite. La structure se présente sous forme de couches alternées de ferrite et de perlite issues du procédé de mise en forme par laminage.

Des essais de traction monotone ont été réalisés sur des éprouvettes lisses cylindriques à trois vitesses de déformation différentes, pour une gamme de température qui s'étend de  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $20^{\circ}\text{C}$ . Cette plage de température permet d'identifier le modèle de comportement dans la gamme de température de la transition basse ductile–fragile. Les phénomènes de Lüders sont bien présents, marqués à toutes les vitesses de déformation et pour toute la gamme de température testée. Cette base de données va permettre dans le chapitre suivant d'identifier et de valider la modélisation du comportement mécanique de l'acier étudié en présence de vieillissement statique.

D'autres essais abordent des aspects plus particuliers liés au phénomène de vieillissement statique. Les essais de désancrage ont permis de souligner la possibilité de « désancrer » les atomes en solution solide dans le réseau. Enfin, les essais avec différents trajets de chargement ont mis en évidence l'importance du trajet de chargement sur la manifestation du phénomène de Lüders notamment à travers l'essai de traction, vieillissement, compression où un pic en compression après le vieillissement est observé.



# 4

## Modélisation du comportement mécanique et identification

*Cette partie vise à synthétiser un travail essentiellement numérique sur la simulation par éléments finis du phénomène de Lüders lié au vieillissement statique. Après une analyse analytique mécanique d'une bande de Lüders, des simulations sont présentées mettant en avant des dépendances au maillage sévères. Une méthode de régularisation a été mise en place pour pallier ce problème. L'étude de sensibilité au maillage menée sur le modèle non-régularisé est reprise après régularisation et montre l'efficacité de la méthode utilisée. La stratégie et procédure d'identification sont présentées pour le modèle KEMC. L'identification s'appuie sur les résultats expérimentaux du chapitre 3*

### 4.1 Analyse mécanique d'une bande de Lüders

Dans une bande de Lüders, la déformation plastique se trouve localisée dans une zone bien particulière au sein de l'éprouvette. La figure 4.1 montre un échantillon en présence d'une bande de Lüders, où la zone spécifique concernée contenant la bande de Lüders est nommée (a). Le reste de l'échantillon n'est pas affecté par cette localisation de la déformation plastique et on note cette zone (b). L'état de contrainte et de déformation sont ici étudiés pour un cas de traction uniaxiale. Le vecteur normal à l'interface entre les zones (a) et (b) est noté  $\underline{n}$  et est défini dans le repère  $(\underline{x}, \underline{y})$  :

$$\underline{n} = \begin{bmatrix} -\sin \theta \\ \cos \theta \\ 0 \end{bmatrix} \quad (4.1)$$

où  $\theta$  est l'angle formé entre l'axe  $y$  et la normale  $\underline{n}$ .

#### 4.1.1 État de contrainte

D'après la figure 4.1, on observe une déformation hétérogène dans l'éprouvette soumise à un état de traction uniaxiale. L'état de contrainte dans les zones (a) et (b) est analysé. La contrainte de Lüders dans la bande est notée  $\underline{\sigma}_a$  et  $\underline{\sigma}_b$  est l'état de contrainte dans le reste de l'éprouvette.

L'équation de continuité du vecteur contrainte à l'interface de normale  $\underline{n}$  impose :

$$[[\underline{\sigma} \cdot \underline{n}]] = 0 \quad (4.2)$$

On peut donc écrire d'après l'équation (4.2) :

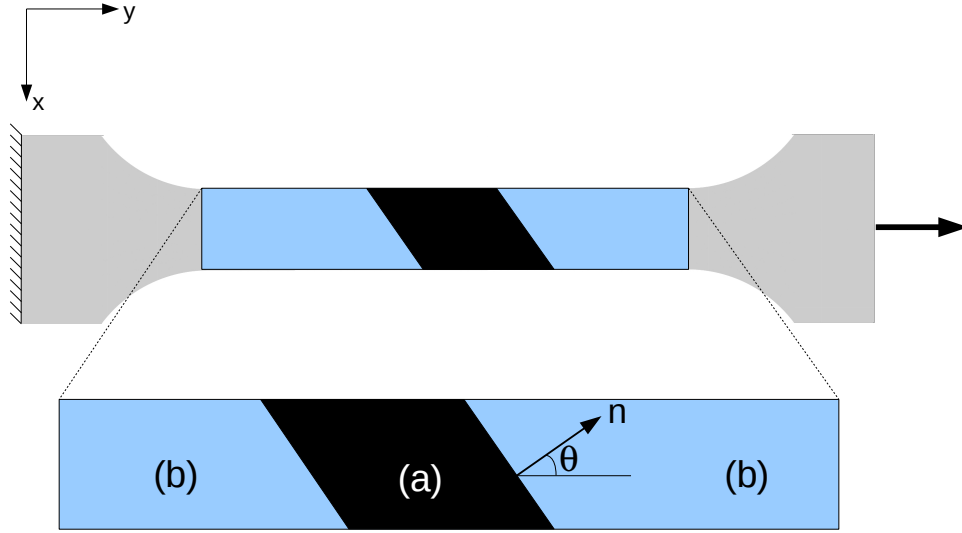


FIG. 4.1 – État mécanique d'une éprouvette de traction uniaxiale avec une bande de Lüders.

$$\underline{\sigma}_b \cdot \underline{n} = \begin{bmatrix} 0 \\ \sigma \cos \theta \\ 0 \end{bmatrix} = \underline{\sigma}_a \cdot \underline{n} \quad (4.3)$$

Si on suppose que  $\underline{\sigma}_a$  est un état de traction simple, on peut déduire une égalité entre la contrainte de Lüders,  $\underline{\sigma}_a$ , et la contrainte dans le reste de l'échantillon,  $\underline{\sigma}_b$ . Nous avons ainsi démontré qu'un état de traction simple est possible au sein même de la bande. Nous avons deux contraintes qui sont identiques dans les deux zones différentes, (a) et (b).

#### 4.1.2 État de déformation

Intéressons-nous à présent à la différence entre les déformations plastiques dans (a) et (b) dans la même configuration, figure 4.1. L'état de déformation dans l'éprouvette est défini respectivement dans les zones (a) et (b) par (traction simple) :

$$[\varepsilon_a] = \begin{bmatrix} -\frac{\varepsilon_a^p}{2} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_a^p & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\varepsilon_a^p}{2} \end{bmatrix} \quad ; \quad [\varepsilon_b] = \begin{bmatrix} -\frac{\varepsilon_b^p}{2} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_b^p & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\varepsilon_b^p}{2} \end{bmatrix} \quad (4.4)$$

Selon les conditions de compatibilité de Hadamard [Besson et al., 2001], le saut de déformation à l'interface (a-b) doit avoir la forme suivante :

$$[[\underline{\varepsilon}^p]] = \frac{1}{2} (\underline{g} \otimes \underline{n} + \underline{n} \otimes \underline{g}) \quad (4.5)$$

où  $\underline{g}$  est un vecteur du plan quelconque. Dans notre cas, d'après la relation (4.5) :

$$(\varepsilon_b^p - \varepsilon_a^p) \begin{bmatrix} -\frac{1}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{1}{2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -g_1 \sin \theta & \frac{g_1 \cos \theta - g_2 \sin \theta}{2} & 0 \\ \frac{g_1 \cos \theta - g_2 \sin \theta}{2} & g_2 \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (4.6)$$

D'après l'équation (4.6), une discontinuité de déformation est possible si l'angle formé entre la bande de Lüders et l'axe vertical de l'échantillon pour un état de traction en 2D est égal à  $54.7^\circ$ .

$$\tan^2 \theta = \frac{1}{2} \quad \text{soit} \quad \frac{\pi}{2} - \theta = 54.7^\circ \quad (4.7)$$

À travers cette étude analytique, il est démontré l'état de contrainte et de déformation au sein d'une éprouvette en présence d'une bande de Lüders. On remarque d'une part qu'il y a uniformité des contraintes entre la bande et le reste de l'échantillon mais qu'au niveau des déformations, la continuité n'est pas possible. L'angle d'orientation de la bande se révèle être de  $54.7^\circ$  ce qui est en accord avec les observations expérimentales et la littérature.

## 4.2 Dépendance de maillage par la méthode des éléments finis des bandes de Lüders

Cette partie présente une étude de maillage réalisée par la méthode des éléments finis avec le code de calcul ZeBuLoN [Transvalor and ENSMP, 2010]. On ne cherche pas pour l'instant à reproduire fidèlement les essais présentés dans le chapitre 3. La loi de comportement utilisée est une loi phénoménologique élastoplastique du même type que [Tsukahara and lung, 1998] adaptée à la simulation des bandes de Lüders. Cette loi rend compte de la localisation de la déformation plastique au sein de l'éprouvette. Plusieurs maillages sont ici testés avec des tailles de mailles, des formes et orientation d'éléments différents pour observer leurs influences sur la réponse de la structure.

### 4.2.1 Loi de comportement

Le comportement de Lüders conduit à la formation de bandes dans l'échantillon et implique la formation d'un plateau sur la courbe macroscopique contrainte-déformation, caractérisée par une limite basse et une limite haute d'élasticité. Ce comportement particulier, propre au phénomène de bande de Lüders, peut être simulé par la méthode des éléments finis. Dans [Tsukahara and lung, 1998, Ballarin et al., 2009], une loi locale est introduite avec un écrouissage négatif et un positif pour modéliser les mécanismes physiques liés à ce phénomène. Le même principe est repris ici mais en utilisant des écrouissages isotrope non-linéaire :

$$R(p) = R_0 + Q_1 \left(1 - e^{-b_1 \cdot p}\right) + Q_2 \left(1 - e^{-b_2 \cdot p}\right) + Q_3 \left(1 - e^{-b_3 \cdot p}\right) \quad (4.8)$$

où  $R_0$  est la contrainte d'écoulement,  $Q_1$ ,  $Q_2$ ,  $Q_3$ ,  $b_1$ ,  $b_2$  et  $b_3$  sont des constantes matériau avec  $Q_1, Q_3 > 0$  et  $Q_2 < 0$ . Ces paramètres sont donnés dans le Tableau 4.1. Un premier terme dans l'équation (4.8) est un terme d'écrouissage saturant de type Voce [Voce, 1948]. Puis, un terme additionnel adoucissant est ajouté avec un coefficient  $Q_2$  négatif permettant de décrire la cinétique du vieillissement statique. Le troisième terme



$R_0$ (MPa)	$Q_1$ (MPa)	$b_1$	$Q_2$ (MPa)	$b_2$	$Q_3$ (MPa)	$b_3$
325	325	12.3	-60	200	20	2000

TAB. 4.1 – Paramètres du modèle.

permet d'arrondir légèrement le pic de la limite haute d'élasticité sur la courbe locale de comportement pour améliorer la convergence lors des calculs. Le module d'Young  $E$ , est égal à 210 GPa et le coefficient de Poisson,  $\nu$  à 0.3. La forme de la loi locale est représentée en pointillé sur la figure 4.3. Sa forme permet donc de décrire d'une façon purement phénoménologique le phénomène de Lüders. Les dislocations sont initialement bloquées par les atomes de carbone ou d'azote en solution, et l'augmentation de la limite d'élasticité traduit la sur-contrainte nécessaire pour débloquent et ainsi multiplier des dislocations. Une fois ce pic franchi, un plateau se distingue où une rapide multiplication des dislocations s'initie. Ce phénomène se traduit d'un point de vue macroscopique sur l'éprouvette par la localisation de la déformation plastique au sein d'une bande de Lüders. Après la propagation totale de la bande le long du fût de l'éprouvette, on retrouve un écrouissage classique homogène.

#### 4.2.2 Résultats numériques : dépendance au maillage

Les simulations ont été menées avec le code de calcul par éléments finis ZeBuLoN [Transvalor and ENSMP, 2010]. L'éprouvette modélisée est une éprouvette de traction standard de 64 mm de long et 14 mm de large pour ses dimensions globales. La zone utile mesure 36 mm de long et 6 mm de large.

Les différents maillages utilisés sont présentés en figure 4.2 et les nombres de degrés de liberté associés pour chaque type de maillage sont listés dans le Tableau 4.2.

- maillage Régulé : éléments quadrangles avec deux niveaux de raffinement, la taille de maille est de 0,5 mm, figure 4.2(a) et de 0,25 mm pour la figure 4.2(b).
- maillage Aléatoire : éléments triangles, figure 4.2(c)
- maillage Orienté : deux niveaux de raffinement pour les maillages orientés, 4.2(d) et 4.2(e), avec des éléments triangles orientés selon l'angle théorique de 54.7°.

Les conditions limites sont présentées en figure 4.2, le bas de l'éprouvette n'a pas de mouvement possible selon l'axe  $y$  et le noeud central inférieur n'a pas de mouvement possible selon l'axe  $x$ . Un déplacement de la tête de l'éprouvette est imposé de 1 mm dans la direction  $y$ . Les simulations sont menées en contraintes planes. Tous les éléments sont des éléments quadratiques à intégration réduite.

La figure 4.3 expose les courbes réponses : contrainte ( $\sigma = \frac{F}{S_0}$ ) - déformation plastique macroscopique pour les différents maillages ( $\varepsilon - \frac{\sigma}{E}$ ). La déformation est calculée à partir d'un extensomètre virtuel, avec  $\varepsilon = \frac{U_2 - U_1}{L_0}$  et la déformation élastique est retranchée à la déformation globale pour obtenir la déformation plastique. En accord avec l'expérimental, la réponse macroscopique montre un plateau avec une longueur finie, équivalente à la déformation appelée la déformation de Lüders,  $\varepsilon_L$ . Des oscillations semblent apparaître en fonction du type de maillage adopté. Lorsque le maillage autorise les discontinuités de déformation plastique (surtout les maillages (d) et (e)), les oscillations observées sont de plus forte amplitude. Expérimentalement, le plateau est relativement bien défini avec des oscillations très modérées voire nulles, tandis que dans nos simulations le niveau du plateau fluctue avec les types de maillage. L'amplitude maximale des oscillations a lieu pour les maillages orientés selon l'angle particulier de 54.7°.

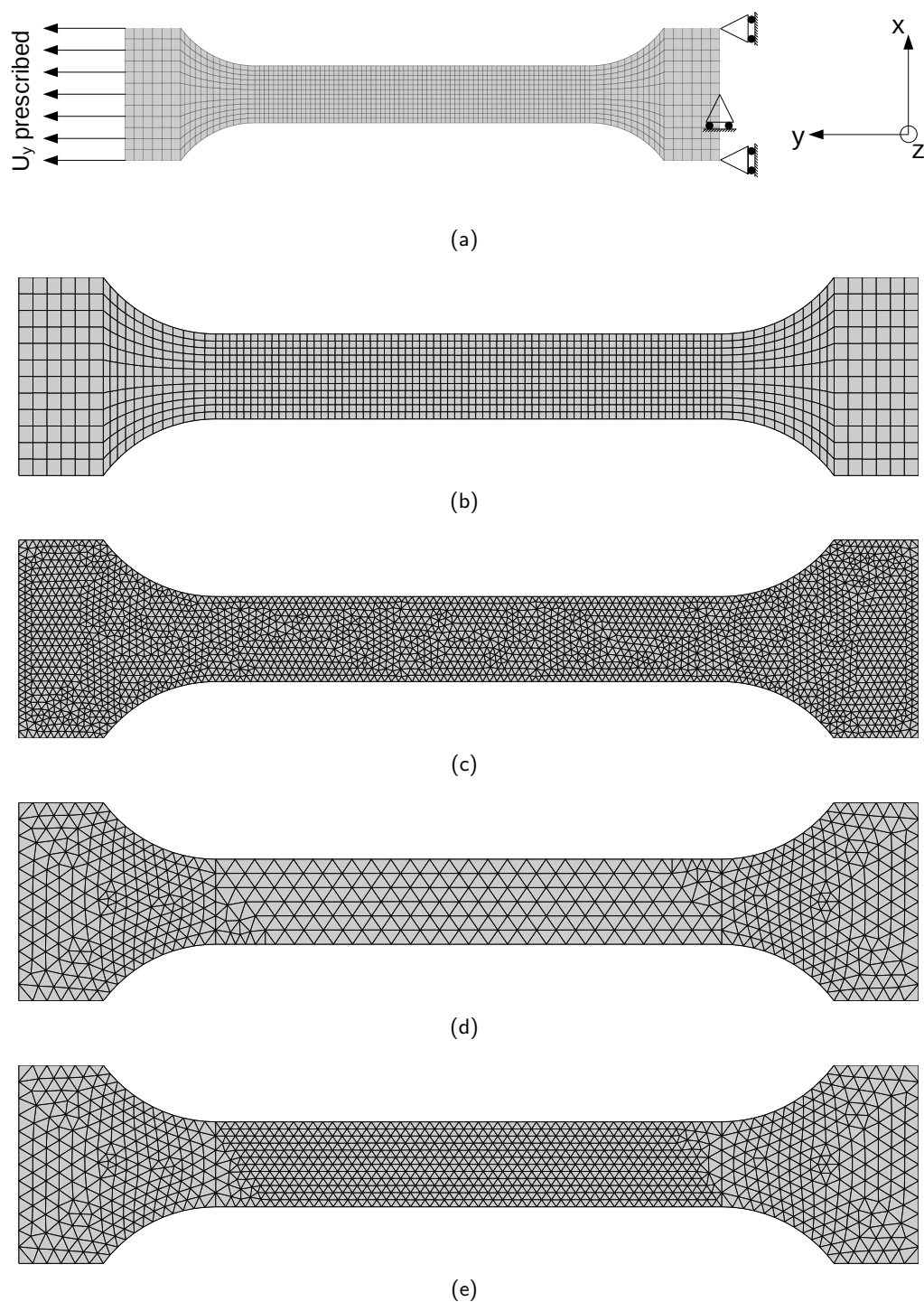


FIG. 4.2 – Différents maillages testés et conditions limites associées. (a) réglé, (b) réglé fin, (c) aléatoire, (d) orienté et (e) orienté fin.

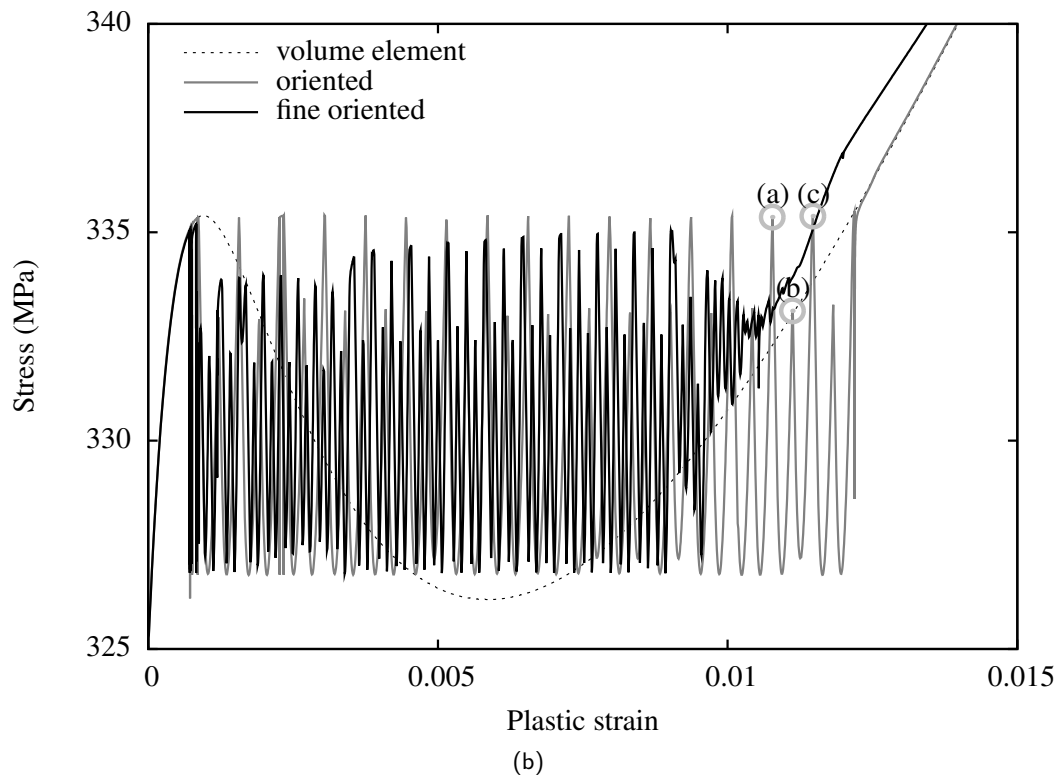
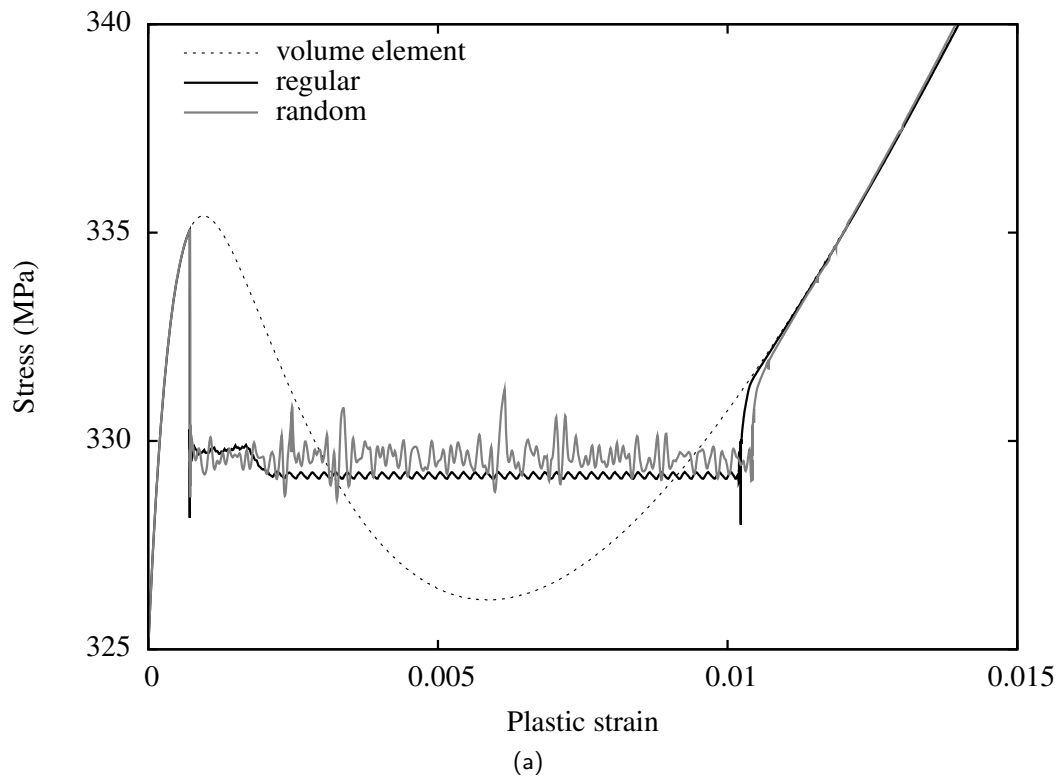


FIG. 4.3 – Réponse numérique avec le modèle plastique d'un essai de traction uniaxiale pour chaque type de maillage. (a) maillages réglé et aléatoire et (b) maillages orientés. La vitesse de déformation est constante et égale à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

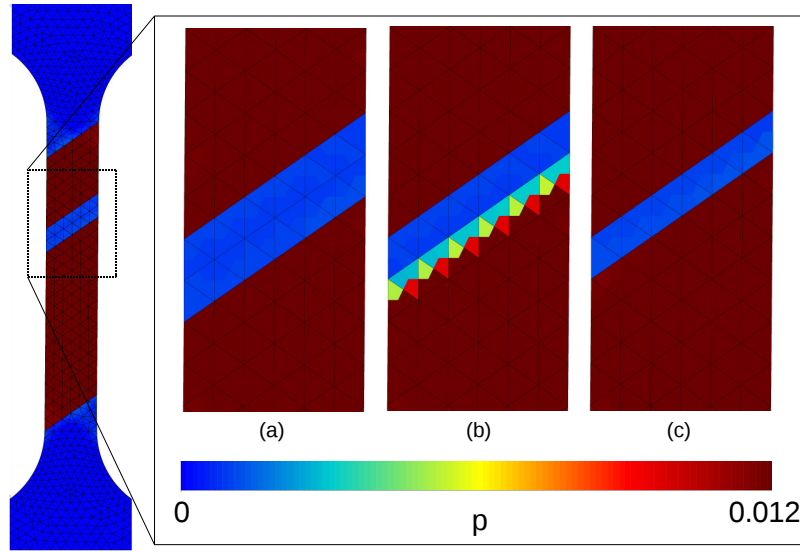


FIG. 4.4 – Propagation de bande de Lüders pour le maillage orienté, figure 4.2(d). L'échelle indique le niveau de déformation plastique.

La cinématique de propagation des bandes de Lüders est décrite sur la figure 4.4 où la déformation plastique cumulée est notée selon trois étapes (a), (b) et (c). Deux bandes s'initient au sein de l'éprouvette, une première démarre du congé inférieur et la seconde du congé supérieur, mais elles se propagent successivement. La figure 4.3(b) donne les trois étapes particulières de déformation plastique cumulée (a), (b) et (c). La déformation plastique dans la bande est notée  $\varepsilon_p$  et vaut 0.012 ce qui est en accord avec la déformation de Lüders,  $\varepsilon_L$ , correspondante à la longueur de plateau sur la courbe contrainte-déformation, figure 4.3.

Le profil de déformation, figure 4.5, correspond à l'état de déformation plastique cumulée en figure 4.4(a). On peut distinguer deux fronts de bandes. Le front de bande supérieur est stoppé pendant que le front de bande inférieur progresse. On remplit les rangées d'éléments une par une. Les fronts de bandes n'avancent jamais de manière simultanée. Le niveau de déformation de Lüders est identique à celui déjà mentionné sur la figure 4.3(b) et 4.4. Le profil observé est un profil de type créneau.

La figure 4.6 montre la vitesse de déformation plastique au sein du front de la bande. Le front de bande est très fin et très abrupt. Cette singularité est logique au vu de la forte discontinuité de déformation qui a été observée.

### 4.2.3 Conclusion

Un modèle phénoménologique simple peut donc permettre de simuler le phénomène de Lüders. Néanmoins, le côté phénoménologique du modèle est gênant car industriellement moins attrayant par le manque de physique. En effet, il ne permet pas de simuler des essais alternant déformation et vieillissement comme ceux exposés dans le chapitre 3 de type traction-vieillessement-traction. Les mécanismes de Lüders sont assez bien décrits et connus pour quantifier les grandeurs physiques impliquées et les inclure plus explicitement dans un modèle de comportement. D'un point de vue numérique, il est tout de même possible de

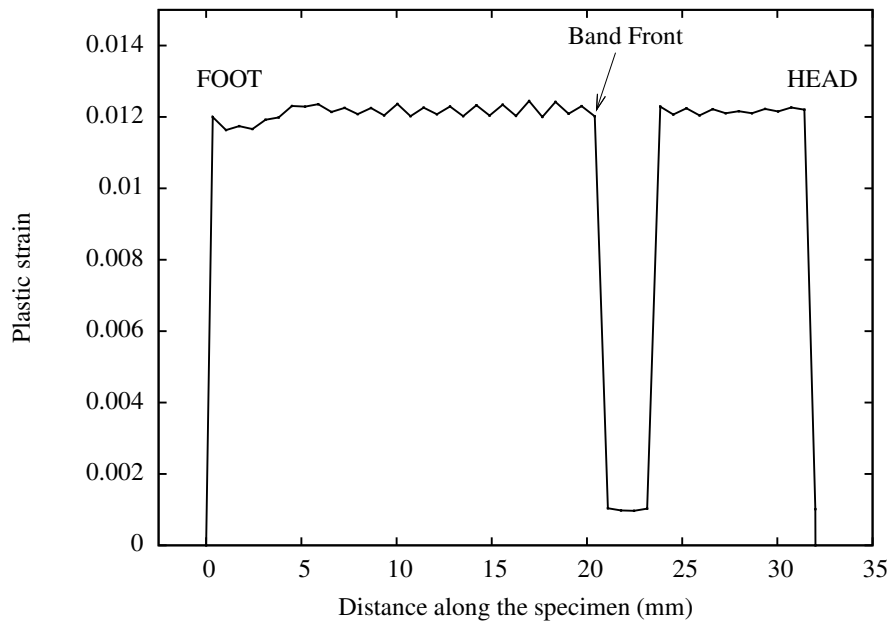


FIG. 4.5 – Déformation plastique le long d'un axe vertical dans l'éprouvette issue des isovaleurs de la déformation plastique cumulée de la figure 4.4(a).

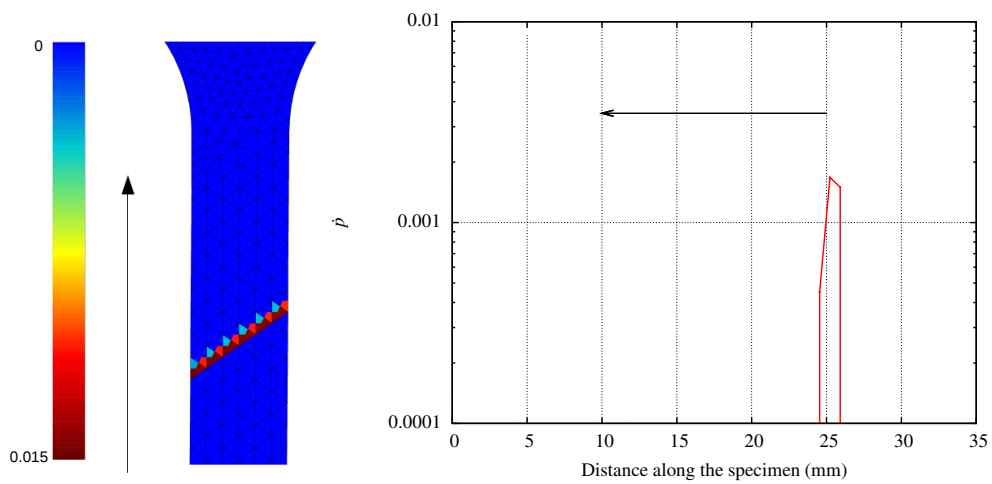


FIG. 4.6 – Profil de la vitesse de déformation plastique au sein du front de la bande de Lüders, maillage orienté, figure 4.2(d).

reproduire assez bien qualitativement le phénomène. Mais le type de maillage joue un rôle majeur sur la réponse macroscopique contrainte-déformation. Il n'est pas envisageable de poursuivre avec un modèle présentant une si forte dépendance au maillage. Le front de bande observé n'est pas en adéquation avec la littérature [Hähner and Kubin, 1992] qui met en avant un front de bande plus diffus. Le front de la bande se trouve très brutal et de faible amplitude ce qui va à l'encontre des observations expérimentales faites dans la partie 3.4.

Cette étude numérique révèle une forte dépendance des résultats vis-à-vis du maillage. Selon l'orientation des éléments, de fortes oscillations sont observées dans le plateau de Lüders sur les courbes macroscopiques contrainte-déformation.

## 4.3 Modèle de microplasticité à gradient de déformation

### 4.3.1 Motivation

Les résultats numériques dans la partie 4.2.2 ont révélé une réelle dépendance des résultats au maillage. Cette dépendance est effectivement problématique pour simuler des phénomènes comme les bandes de Lüders. Il est donc nécessaire d'utiliser un modèle indépendant du maillage. Par ailleurs, les aspects physiques sont omniprésents dans le vieillissement statique. L'interaction entre la taille de grains et la largeur microscopique du front de la bande est forte, [Soler, 1998, Jaoul, 1964]. Si on envisageait une modélisation à l'échelle des grains, une largeur de front de bande unique serait prise et reliée à la longueur interne introduite dans le modèle régularisé.

### 4.3.2 Théorie

Le modèle classique non-régularisé décrit un comportement élastoplastique avec une élasticité linéaire caractérisée par le tenseur élastique de module  $\tilde{\mathbf{A}}$  et un écrouissage non linéaire,  $R$ . Deux paramètres matériau additionnels sont introduits dans l'extension micromorphique de ce nouveau modèle, le module  $H_\chi$  (en MPa) et la « rigidité » micromorphique  $\tilde{\mathbf{A}}$  (en MPa  $m^2$ ).

$$\boldsymbol{\sigma} = \tilde{\mathbf{A}} : \boldsymbol{\varepsilon}^e \quad (4.9)$$

$$a = -H_\chi(p - \chi_p) \quad (4.10)$$

$$\mathbf{b} = \tilde{\mathbf{A}} \cdot \nabla \chi_p \quad (4.11)$$

$$R = R(p) + H_\chi(p - \chi_p) \quad (4.12)$$

où  $\chi_p$  appelé micro-déformation est une mesure non-locale de la déformation plastique.  $\nabla \chi_p$  est son gradient et  $a$  et  $\mathbf{b}$  sont les contraintes généralisées associées à ces degrés de liberté supplémentaires [Forest, 2009]. Quand la déformation plastique relative,  $e = p - \chi_p$ , est proche de zéro, l'écrouissage non-linéaire retrouve sa forme classique et la contrainte

généralisée  $a$  disparaît. Seulement, l'effet du gradient de déformation,  $\nabla p$ , reste dans l'enrichissement du travail des forces intérieures. C'est la situation rencontrée dans les modèles à gradient de déformation de la plasticité développés dans [Fleck and Hutchinson, 2001]. Les lois d'états conduisent à l'équation différentielle suivante :

$$\chi_p - \frac{1}{H_\chi} \operatorname{div}(\tilde{\mathbf{A}} \cdot \nabla \chi_p) = p \quad (4.13)$$

Spécialisons cette équation (4.13) dans le cas des matériaux isotropes, pour lesquels le tenseur du second ordre de la rigidité micromorphique se réduit à  $\tilde{\mathbf{A}} = A \mathbf{1}$ , ce qui implique un seul paramètre matériau supplémentaire. L'équation (4.13) devient :

$$\chi_p - \frac{A}{H_\chi} \Delta \chi_p = p \quad (4.14)$$

Il faut souligner que ce dernier modèle, qui sera appelé le modèle de microplasticité par la suite, se réduit à un seul paramètre matériau supplémentaire à savoir, la longueur caractéristique ou longueur interne, notée  $l_c$  :

$$l_c^2 = \frac{A}{H_\chi} \quad (4.15)$$

### 4.3.3 Étude numérique

Le modèle de microplasticité a été implémenté dans le code de calcul par éléments finis ZeBuLoN [Transvalor and ENSMP, 2010]. Le Tableau 4.2 compare le nombre de degrés de libertés (ddl), le temps CPU et le nombre d'incréments pour les différents maillages entre le modèle de plasticité classique et le modèle de microplasticité. Le nombre de degrés de libertés est différent entre les deux modèles, par l'ajout du degré supplémentaire,  $\chi_p$ , dans le modèle de microplasticité, ce qui rend moins pertinent la comparaison. Le temps CPU est plus important pour le modèle de microplasticité. Néanmoins, le nombre d'incréments est relativement constant pour le nouveau modèle, autour de 4500. Tandis que pour le modèle de plasticité, le nombre d'incréments est beaucoup plus variable et élevé.

Maillages	ddl		Temps CPU (s)		Nb d'Incréments	
	plasticité	microplasticité	plasticité	microplasticité	plasticité	microplasticité
réglé (a)	13442	17571	19007	55615	15106	4523
aléatoire (c)	30792	39729	25476	96261	22122	4539
orienté (d)	8024	10383	4222	20837	13770	4136
orienté fin (e)	14248	18405	15442	45561	26847	4681

TAB. 4.2 – Comparaison du nombre de ddl, temps CPU et nombre d'incréments pour chaque maillage pour le modèle classique de plasticité et le nouveau modèle de microplasticité.

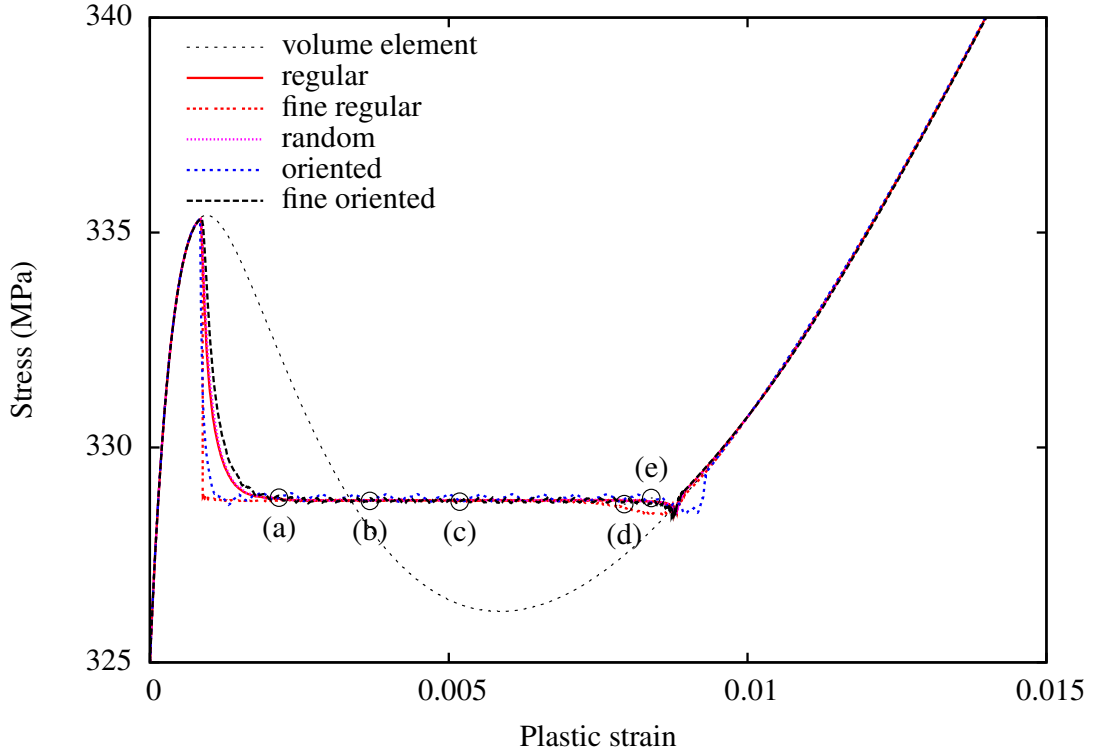


FIG. 4.7 – Réponse numérique en contrainte-déformation avec le modèle de microplasticité pour un essai de traction uniaxiale pour chaque type de maillage. Les conditions limites et paramètres matériau sont identiques. La vitesse de déformation est constante et égale à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $l_c = 3,16 \text{ mm}$ .

#### 4.3.4 Régularisation : résultats

Les mêmes maillages et mises en données vus dans la partie 4.2 ont été utilisés. La figure 4.7 montre les courbes macroscopiques en contrainte-déformation plastique pour tous les maillages de la figure 4.2. Les larges oscillations ont disparu pour les maillages orientés. Tous les types de maillages convergent vers une solution unique avec le même niveau de plateau.

La longueur caractéristique est prise égale à 3,16 mm, avec  $A=10^5 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^2$  et  $H_\chi=10^4 \text{ MPa}$ .  $H_\chi$  est grand en comparaison du taux d'écrouissage pour avoir  $p$  équivalent à  $\chi_p$  et  $A$  est pris de manière à avoir une taille de bande réaliste. D'autres simulations ont été menées avec différentes longueurs caractéristiques et il s'avère que le niveau du plateau reste indépendant de la longueur caractéristique. Cette longueur caractéristique est en lien avec la largeur du front de bande. Cette longueur doit être au minimum cinq fois plus grande que la taille de maille et plus petite que la largeur de l'éprouvette.

La même démarche que dans la partie 4.2.2 a été adoptée, l'évolution de la déformation plastique est détaillée figure 4.8. Cette évolution se trouve beaucoup plus diffuse et cette tendance se confirme lorsque l'on trace l'évolution de la déformation plastique cumulée le long de l'axe vertical de l'éprouvette, figure 4.9. Le front de bande est plus « lisse » qu'avec le modèle de plasticité classique. La forme de cette évolution est cohérente avec les observations de [Louche and Chrysochoos, 2001].

La figure 4.10 montre la vitesse de déformation plastique au sein du front de la bande. Le front de bande est plus diffus que sur la figure 4.6. Le profil présente un front de bande très



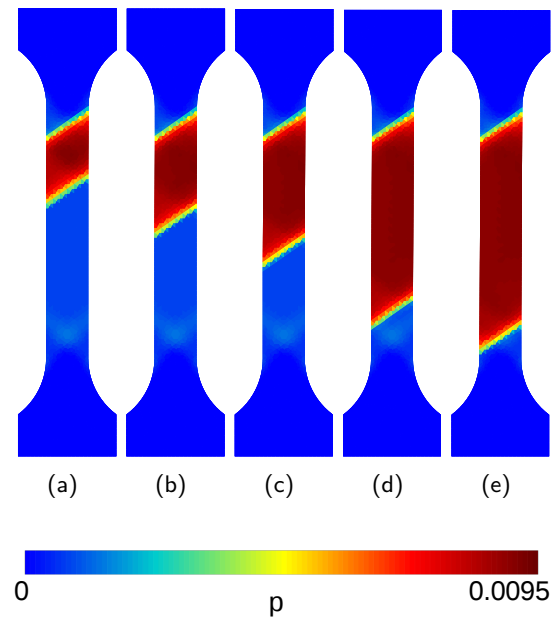


FIG. 4.8 – Cinétique de propagation des bandes de Lüders pour le maillage orienté présenté Fig. 4.2(d) pour le modèle de microplasticité. L'échelle indique le niveau de déformation plastique.

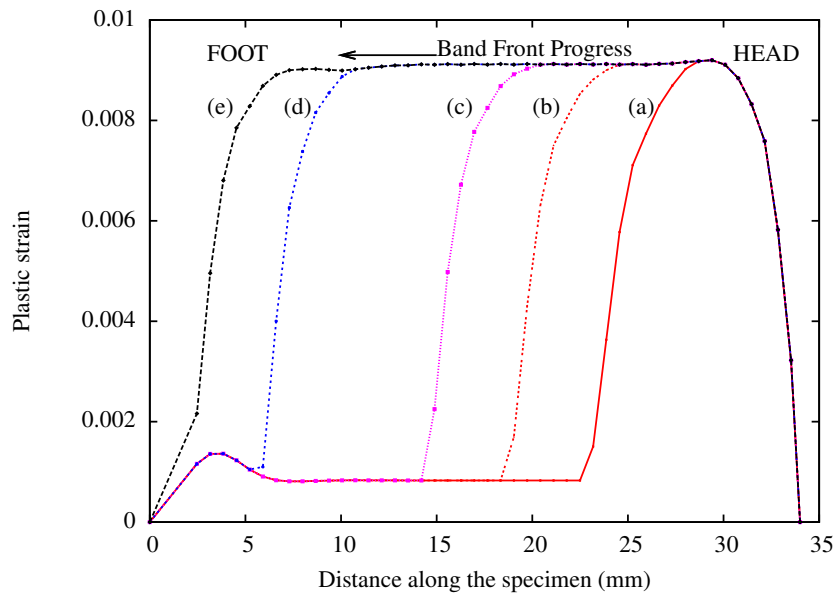


FIG. 4.9 – Évolution de la déformation plastique le long d'un axe vertical de l'éprouvette, pour chaque étape des isovaleurs de déformation de la Fig. 4.8.

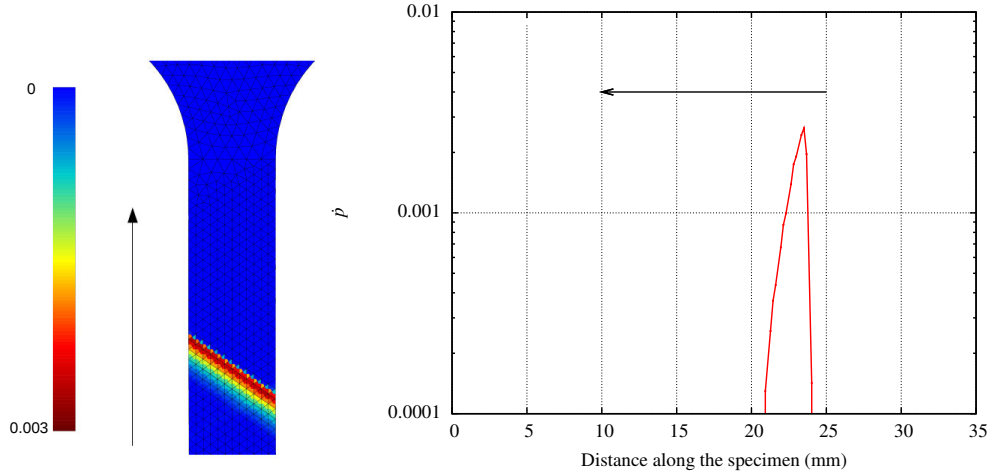


FIG. 4.10 – Profil de la vitesse de déformation plastique au sein du front de la bande de Lüders, maillage orienté fin, figure 4.2(e).

abrupt alors que la queue du front semble plus étalée et diffuse. Ce profil est en adéquation avec les remarques faites par [Hähner and Kubin, 1992] sur l'allure du front de bande.

## 4.4 Identification des paramètres matériau du modèle de vieillissement statique

### 4.4.1 Présentation du modèle

La simulation du vieillissement nécessite un choix approprié de modèle élastoviscoplas-tique issu de la description physique des mécanismes d'ancrage et de désancrage des dis-locations. Le modèle élastoplastique précédent avec adoucissement n'est pas suffisant pour tenir compte de certains effets de Lüders comme la pré-déformation suivie par un vieillis-sement thermique. Le modèle retenu dans ce travail et initialement proposé par McCormick [McCormick, 1988, Kubin and Estrin, 1985] est basé sur une variable interne  $t_a$  appelée temps de vieillissement. Il a été implémenté dans le code de calcul par éléments finis Zset [Belotteau et al., 2009, Mazière et al., 2010, Wang et al., 2011]. L'intégration numérique locale des équations constitutives est réalisée en utilisant une approche mixte entre une ap-proche explicite de type Runge–Kutta et une approche implicite de type  $\theta$ –méthode. Cette méthode originale permet de limiter les divergences locales et fournit une évaluation de la matrice tangente cohérente pour la résolution globale implicite de calculs de structure par éléments finis.

Le tenseur du taux de déformation  $\dot{\underline{\epsilon}}$  est divisé en deux contributions, élastique et plas-tique, l'évolution de celui-ci étant donné par la règle d'écoulement plastique. La contrainte est calculée à partir de la déformation élastique  $\underline{\epsilon}_e$  via la loi de Hooke :

$$\dot{\underline{\epsilon}} = \dot{\underline{\epsilon}}_e + \dot{\underline{\epsilon}}_p, \quad \underline{\sigma} = \underline{\Lambda} : \underline{\epsilon}_e \quad (4.16)$$

La déformation plastique est calculée à partir de la règle de normalité et de la vitesse de déformation équivalente  $\dot{p}$  suivant une loi thermiquement activée, au sens de von Mises, définie par :

$$\dot{\underline{\varepsilon}}_p = \dot{p} \underline{n}, \quad \underline{n} = \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{3}{2} \frac{\underline{s}}{J_2(\underline{\sigma})} \quad (4.17)$$

$$\dot{p} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{V_a \langle f(\underline{\sigma}, \rho, t_a) \rangle}{k_B T}\right) = \dot{p}_0 \sinh\left(\frac{f}{K}\right) \quad (4.18)$$

où  $T$  est la température en Kelvin,  $k_B$  est la constante de Boltzmann et  $\dot{\varepsilon}_0$ ,  $E_a$  et  $V_a$  sont respectivement un paramètre de vitesse de déformation, l'énergie d'activation et le volume d'activation des mécanismes physiques de la plasticité.

La fonction  $f$  est la fonction d'écoulement qui est basée sur le critère de von Mises avec un écrouissage isotrope :

$$f(\underline{\sigma}, \rho, t_a) = J_2(\underline{\sigma}) - R(\rho) - R_a(t_a) \quad (4.19)$$

$$R(\rho) = \sigma_0 + \gamma \mu b \sqrt{\rho}, \quad \dot{\rho} = A \left(1 - \frac{\rho}{B}\right) \dot{p}, \quad R_0 = \sigma_0 + \gamma \mu b \sqrt{\rho_0} \quad (4.20)$$

où  $J_2(\underline{\sigma})$  est l'invariant au sens de von Mises du tenseur des contraintes. La densité de dislocations  $\rho$  est introduite dans le modèle (valeur initiale  $\rho_0$ ). L'écrouissage classique de la déformation est donné par le terme  $R(\rho)$  qui suit une loi d'évolution définie dans l'équation (4.20), les paramètres caractérisant la loi d'évolution de cette variable étant  $A$  et  $B$ . La règle d'évolution de la densité de dislocations est gouvernée par le taux de déformation plastique cumulée  $\dot{p}$ , comme dans [Fressengeas et al., 2005]. La limite d'élasticité  $R_0$  est la limite initiale d'élasticité « microscopique » correspondant à la limite d'élasticité qui pourrait être mesurée dans le même matériau mais en absence de vieillissement statique.

Le second terme d'écrouissage,  $R_a(t_a)$ , est induit par le vieillissement sous déformation, suivant [Graff et al., 2004, Zhang et al., 2001, Mazière et al., 2010]. Celui-ci dépend d'une nouvelle variable interne  $t_a$  et prend la forme :

$$R_a(t_a) = P_1 C_s(t_a), \quad \text{avec} \quad C_s = 1 - \exp\left[-\left(\frac{t_a}{t_0}\right)^n\right] \quad (4.21)$$

$$\dot{t}_a = 1 - \frac{t_a \dot{p}}{\omega} \quad (4.22)$$

Le terme de vieillissement sous déformation  $R_a$  est proportionnel à la variable  $C_s$  qui décrit la sur-concentration des atomes en solutés autour des dislocations ancrées. Cette variable augmente avec le temps de vieillissement  $t_a$ , l'état totalement ancré survient pour  $C_s = 1$ . L'état désancré correspond à  $C_s = 0$ . Le paramètre  $P_1$  correspond à la contrainte supplémentaire nécessaire pour basculer entre un état ancré et un état désancré. Le paramètre  $t_0$  et la puissance  $n$  contrôlent la cinétique du processus d'ancrage. Un autre paramètre  $\omega$  intervient dans la loi d'évolution du temps de vieillissement. Il est lié à la déformation incrémentale résultant du saut du désancrage des dislocations.

#### 4.4.2 Méthodes d'intégration et de résolution

Les problèmes mécaniques non-linéaire résolus par la méthode des éléments finis utilisent des procédures incrémentales [Besson et al., 2001]. Le champ de déplacement dans la structure est estimé à différents pas de temps de la simulation pour satisfaire les équations d'équilibre globales. La procédure locale sert à fournir l'incrément de contrainte locale  $\Delta\sigma$  à partir de l'incrément de déformation  $\Delta\xi$ . L'incrément  $\Delta\sigma$  est nécessaire pour calculer les efforts intérieurs et vérifier les équations d'équilibre. La méthode Runge-Kutta ne fait que cela mais fonctionne toujours alors que la  $\theta$  - méthode donne en plus la matrice tangente cohérente mais peut néanmoins diverger.

##### Méthode Runge-Kutta

Les lois de comportement d'un modèle elastoviscoplastique peuvent être mises sous la forme :

$$\dot{Z} = F(Z, \dot{\xi}) \quad (4.23)$$

où  $Z$  contient les variables internes scalaires et tensorielles du modèle, et  $\dot{\xi}$  désigne la vitesse de déformation totale. Dans les calculs non-linéaires, l'intégration de cette équation est réalisée à chaque incrément de temps pour obtenir l'état de contrainte à la fin de chaque incrément. La méthode la plus simple reste, bien entendu, la méthode d'Euler qui est totalement explicite et très simple à formuler :

$$Z^{t+\Delta t} = Z^t + \Delta Z \quad (4.24)$$

$$\Delta Z = \Delta t \dot{Z}^t = \Delta t F(Z^t, \Delta \xi^t) \quad (4.25)$$

Les nouvelles variables à la fin de l'incrément ( $t + \Delta t$ ) sont évaluées à partir des variables à l'instant  $t$ . Cette méthode repose sur le développement de Taylor au premier ordre de  $Z^{t+\Delta t}$ . La fonction  $Z$  est supposée être constante et égale à sa valeur initiale (i.e. à l'instant  $t$ ) sur l'incrément de temps total  $\Delta t$ . Cette méthode devient manifestement inexacte en augmentant le temps global de l'incrément  $\Delta t$ , et par conséquent l'incrément de déformation global  $\Delta \xi^t$ .

Toutefois la méthode peut être améliorée par une combinaison de développement de Taylor d'ordre supérieur, de pas de temps automatique et de facteur correctif. L'incrément de temps à réaliser,  $\Delta t$  est alors divisé en  $n$  incréments  $\delta t_k$  de sorte que :  $\Delta t = \sum_k \delta t_k$ . Le pas de temps  $\delta t_k$  est contrôlé par un facteur correctif. En ce sens, de grands pas de temps sont utilisés quand  $\dot{Z}$  est relativement constant par rapport au temps, et de plus petits pas de temps sont pris quand  $\dot{Z}$  varie beaucoup. Un développement d'ordre supérieur de  $Z^{t+\Delta t}$  est également acceptable, s'il permet de larges sous-étapes  $\delta t_k$  pour la même précision. Dans le code de calcul utilisé ici, nous utilisons la méthode de Runge-Kutta jusqu'à l'ordre 4. Cette méthode donne une grande confiance dans la qualité de l'intégration mais peut se révéler très coûteuse lors du calcul [Besson et al., 2001].

##### $\theta$ - méthode

L'évaluation de l'incrément des variables d'états  $\Delta Z$  avec une méthode d'intégration implicite est effectuée à partir de valeurs inconnues des taux des variables d'états  $\dot{Z}$  à un point intermédiaire dans l'incrément :

$$\Delta Z = \Delta t \dot{Z}^{t+\theta\Delta t} = \Delta t F\left(Z^{t+\theta\Delta t}, \Delta \underline{\epsilon}^{t+\theta\Delta t}\right) \quad (4.26)$$

$$Z^{t+\theta\Delta t} = Z^t + \theta \Delta Z \quad (4.27)$$

où  $\theta \in [0; 1]$  caractérise la position du point où l'évaluation des variables est effectuée.  $\theta = 0$  correspond au schéma d'Euler présenté précédemment, et  $\theta = 1$  est une intégration implicite complète. La variable d'incrément  $\Delta Z$  est ensuite évaluée en résolvant le système non-linéaire suivant par rapport à  $\Delta Z$  :

$$R = \Delta Z - \Delta t F\left(Z^t + \theta \Delta Z, \Delta \underline{\epsilon}^{t+\theta\Delta t}\right) < \epsilon \quad (4.28)$$

où  $R$  est appelé le résidu local. Un algorithme de Newton-Raphson est utilisé pour résoudre le système non-linéaire. Ceci requiert le calcul de la matrice Jacobienne associée au système 4.28.

$$J = \frac{\partial R}{\partial \Delta Z} = 1 - \Delta t \left. \frac{\partial F}{\partial \Delta Z} \right|^{t+\theta\Delta t} \quad (4.29)$$

Le calcul de cette matrice Jacobienne est généralement adapté pour les modèles élastoviscoplastiques, et fournit une convergence quadratique globale.

La précision de l'intégration est évaluée à partir du résidu local après résolution du système non-linéaire 4.28. Si le résidu local est inférieur à une valeur donnée, l'intégration est validée. Sinon, il y a une divergence locale de l'intégration. La  $\theta$  - méthode est efficace lorsque l'incrément de temps global n'a généralement pas besoin d'être divisé en sous-étapes pour atteindre la convergence locale mais peut diverger en cas de grands incréments de variables internes.

### Contrôle d'incrément de temps local, global et de la méthode « switch »

La taille des incréments de temps globaux au cours des simulations est principalement contrôlée par la convergence de la résolution globale de l'équation d'équilibre. Pour chaque pas de temps, quelques itérations sont nécessaires avant que le résidu global  $\mathbb{R}$  devienne supérieure à une valeur fixée  $r$ .

$$\mathbb{R} = |F_{ext} - F_{int}| < r \quad \text{pour un ratio absolu} \quad (4.30)$$

$$\mathbb{R} = \left| \frac{F_{ext} - F_{int}}{F_{ext}} \right| < r \quad \text{pour un ratio relatif} \quad (4.31)$$

où  $F_{ext}$  est le vecteur des forces extérieures, et  $F_{int}$  est le vecteur des forces intérieures.

Une fois que cette condition est remplie, un autre incrément global commence avec un incrément de temps global fonction du nombre d'itérations nécessaires pour mener la convergence lors du précédent incrément de temps. Si la convergence globale n'est pas pleinement remplie, l'incrément de temps est réduit et le calcul redémarre au début du précédent incrément de temps. La divergence globale apparaît quand le nombre maximal

d'itérations autorisées est atteint (donné par l'utilisateur). La convergence globale peut alors être affectée par la divergence locale de l'intégration.

C'est pourquoi la méthode de « switch » prend tout son sens. Avec cette méthode, les divergences locales sont évitées, et des incréments de temps importants peuvent être effectués.

Dans la méthode de Runge-Kutta, l'incrément de temps local est divisé en de nombreux sous-étapes. L'incrément de temps local  $\Delta t$  peut être divisé selon les besoins pour atteindre la précision demandée. L'utilisation d'une méthode implicite permet en général d'éviter cette division. Mais dans le cas de variations importantes des variables internes, les divergences locales se produisent et l'incrément de temps global doit être divisé. Dans le cas de modèles comme celui utilisé dans ces travaux, les incréments des variables internes sont localement très importants (principalement au cours de phénomènes localisés, tels que les bandes de vitesse de déformation plastique), à ces points d'intégration, l'intégration des équations ne peut pas être réalisée avec une  $\theta$  - méthode pure. Une méthode numérique originale développée par [Mazière et al., 2010], existe et consiste à intégrer avec la  $\theta$  - méthode partout dans la structure excepté aux points d'intégrations singuliers précédemment cités. Lorsqu'une divergence locale est détectée, l'intégration pour ces points d'intégration bascule sur une méthode de Runge-Kutta. L'intérêt de cette méthode de « switch » est d'éviter des divergences locales de l'intégration, qui conduisent à une diminution de l'incrément de temps global, puis à un ralentissement de la simulation.

#### 4.4.3 Procédure d'identification sur un point matériel

Classiquement dans des essais de traction, les résultats expérimentaux sont obtenus sur des échantillons dans lesquels les champs de la mécanique sont en majeure partie homogènes dans leur longueur utile, de telle sorte que l'échantillon peut être assimilé à un élément de volume. Les paramètres des lois de comportement sont identifiés à partir de la comparaison entre les résultats expérimentaux et des simulations sur des éléments de volume.

Toutefois, la procédure d'identification d'un modèle de vieillissement sous déformation à partir de données expérimentales diffère de manière significative de la démarche d'identification habituelle. Cela est dû au fait que certains paramètres du modèle sont liés aux phénomènes de localisation qui se développent sur la surface de l'échantillon correspondant au pic et au plateau observés sur la courbe de traction. C'est pourquoi de nombreuses simulations par éléments finis sur des éprouvettes complètes ont été nécessaires dans [Belotteau et al., 2009, Wang et al., 2011] pour l'identification du modèle de vieillissement sous déformation sur une large gamme de température. Ces simulations coûteuses par éléments finis ont conduit à un processus d'identification long et difficile.

Dans le cas du comportement de Lüders, nous montrons dans le présent travail que la procédure d'identification peut être limitée à des points matériels. La nouvelle procédure d'identification est décomposée en deux étapes principales :

- Optimisation : des simulations sur des éléments de volume sont réalisées pour l'identification de tous les paramètres. L'originalité de ce travail est d'identifier les 12 paramètres du modèle, qui représente l'écrouissage, la viscosité et le vieillissement, uniquement à partir de simulations sur des éléments de volume.
- Validation : des simulations par éléments finis sur un échantillon de traction 2D en contraintes planes sont effectuées pour valider l'optimisation. L'objectif de l'identification à ce stade est d'obtenir l'orientation correcte de la bande de Lüders et de valider la corrélation entre les courbes contrainte-déformation expérimentales et numériques en terme de pic et de plateau notamment.

La démarche globale d'identification des paramètres de la loi de comportement peut se décomposer selon :

1. On élimine les pics et les plateaux en extrapolant les courbes expérimentales macroscopiques contrainte-déformation homogènes.
2. On fixe les paramètres  $E_a$  et  $\dot{\epsilon}_0$  d'après la littérature. On les garde constant avec la température.
3. On identifie  $V_a$  à  $-150^\circ\text{C}$  et  $20^\circ\text{C}$  grâce à la différence de niveau entre les vitesses de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .
4. On valide au passage le côté additif du modèle car il n'y a qu'un décalage constant entre les deux vitesses de déformation.
5. On extrapole de manière linéaire  $V_a$  aux autres températures.
6. On identifie les paramètres  $\sigma_0$ ,  $A$  et  $B$  température par température.
7. Les paramètres de vieillissement par température sont finalement identifiés sur les courbes expérimentales complètes avec le pic et le plateau.

### Écrouissage et viscosité

Tout d'abord, les paramètres d'écrouissage et de viscosité sont identifiés. Dans cette première étape, le pic et le plateau de Lüders ne sont pas pris en compte. Les paramètres sont déterminés de  $20$  à  $-150^\circ\text{C}$  depuis les courbes de traction à deux vitesses de déformation,  $10^{-3}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (voir figure 4.11). Les notations suivantes sont introduites :

$$\dot{\rho}_0(T) = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right), \quad (4.32)$$

$$K(T) = \frac{k_B T}{V_a} \quad (4.33)$$

Les paramètres de viscosité sont identifiés par des essais de traction à différentes vitesses de déformation. L'énergie d'activation est classique et équivalente à l'énergie d'activation dans le fer [Priester, 2011] :

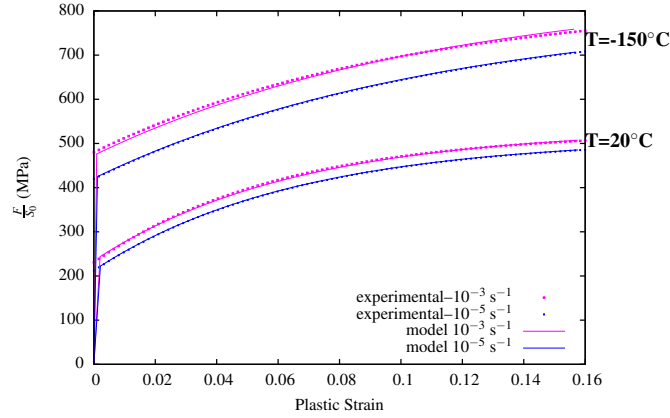
$$E_a = 0.1 \mu b^3 \quad (4.34)$$

La valeur de l'énergie d'activation,  $E_a$ , est prise égale à  $0,6 \text{ eV}$  comme dans [Fressengeas et al., 2005]. La valeur de  $\dot{\epsilon}_0$  est choisie afin de toujours obtenir une sensibilité à la vitesse de déformation positive. Le paramètre  $\dot{\epsilon}_0$  est issu de [Fressengeas et al., 2005] :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b v_0 \quad (4.35)$$

où  $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles,  $b$  le vecteur de Burgers et,  $v_0$  est la constante de vitesse de dislocations.

Les paramètres  $A$ ,  $B$  et  $\sigma_0$  sont également issus des courbes expérimentales où le pic et le plateau de Lüders sont toujours exclus. Le Tableau 4.3 montre les paramètres obtenus après optimisation. Le vecteur de Burgers est égal à  $0.228 \text{ nm}$  [Belotteau et al., 2009] et la densité initiale de dislocations,  $\rho_0$  est égale à  $10^{13} \text{ m}^{-2}$  [Wang et al., 2011]. On peut noter que les valeurs de  $A$  et  $B$  sont plutôt élevées. Entre  $0$  et  $16\%$  de la déformation plastique, à température ambiante, l'écrouissage est d'environ  $300 \text{ MPa}$ . La densité de

FIG. 4.11 – Identification à 20 et -150 °C à  $10^{-3}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

TAB. 4.3 – Paramètres du modèle : viscosité, écrouissage et constantes élastiques.

T(°C)	-150	-100	-50	0	20
E (GPa)	214	220	219	221	218
$\nu$	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
R <sub>0</sub> (MPa)	170	147	107	130	136
$\sigma_0$ (MPa)	150	127	87	110	116
A (m <sup>-2</sup> )	$2.256 \cdot 10^{+16}$	$3.503 \cdot 10^{+16}$	$4.149 \cdot 10^{+16}$	$3.873 \cdot 10^{+16}$	$3.086 \cdot 10^{+16}$
B (m <sup>-2</sup> )	$1.474 \cdot 10^{+16}$	$9.204 \cdot 10^{+15}$	$8.082 \cdot 10^{+15}$	$5.118 \cdot 10^{+15}$	$5.115 \cdot 10^{+15}$
$\dot{\epsilon}_0$ (s <sup>-1</sup> )	6.2	6.2	6.2	6.2	6.2
E <sub>a</sub> (eV)	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
V <sub>a</sub> (b <sup>3</sup> )	27	59	90	121	133
K (MPa)	5.25	3.41	2.90	2.63	2.55
$\dot{p}_0$ (s <sup>-1</sup> )	$2.2 \cdot 10^{-24}$	$2.4 \cdot 10^{-17}$	$1.9 \cdot 10^{-13}$	$5.8 \cdot 10^{-11}$	$3.5 \cdot 10^{-10}$

dislocations équivalente à 16% de déformation plastique est d'environ  $2.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ . Les valeurs choisies des paramètres  $A$  et  $B$  sont compatibles avec un tel écrouissage et une telle densité de dislocations. Cette densité de dislocations est probablement trop élevée et n'a pas été vérifiée par des observations MET. La nécessité de telles valeurs pour calibrer le modèle suggère que notre hypothèse de désancrage presque total après le pic de Lüders est sans doute exagérée et est compensée par un fort écrouissage dans notre modèle. D'autres expériences élaborées seraient nécessaires pour estimer le rapport de désancrage dans le phénomène de Lüders. L'évolution des contributions additives est reportée sur la figure 4.12. La contribution visqueuse et la contribution liée à l'écrouissage évoluent avec la température. On distingue un palier athermique classiquement rencontré pour le fer [Jaoul, 1964] de -40°C à 20°C.

## Vieillessement

Après l'étape précédente, les paramètres qui régissent la contribution du vieillissement sont maintenant calibrés. La contribution liée au vieillissement  $R_a$  est contrôlée par :  $P_1$ ,  $t_0$ ,  $n$ ,  $\omega$  et par la durée initiale du vieillissement  $t_{a0}$ . La valeur de  $\omega$  influence essentiellement le type de localisation dans la simulation 3D. Ce paramètre,  $\omega$ , est maintenu constant ici et égal à  $5 \times 10^{-4}$ , d'après [Wang et al., 2011].



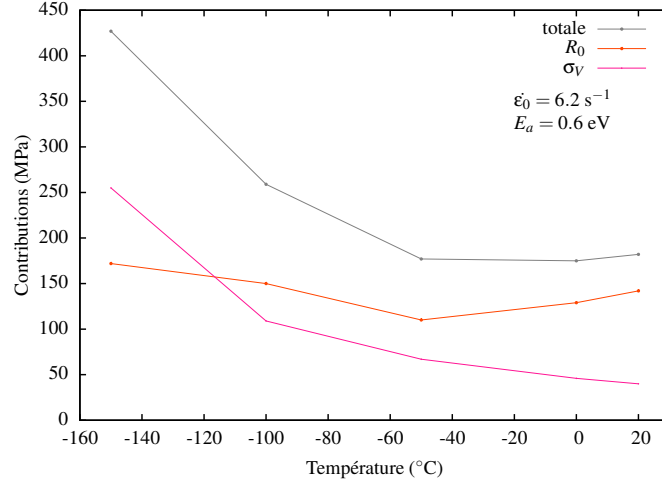


FIG. 4.12 – Évolution des contributions visqueuse, d'écrouissage et totale en fonction de la température.

#### Paramètre $t_0$ et condition initiale $t_{a0}$

L'existence du vieillissement avant la déformation est modélisée par l'intermédiaire d'une valeur initiale non nulle de la variable interne  $t_a$  nommée  $t_{a0}$ . Le temps caractéristique  $t_0$ , équation 4.21, contrôle la relaxation de la concentration  $C_s(t_a)$  à partir de sa valeur initiale  $C_s(t_{a0})$ , qui correspond à l'étape de désancrage dans le phénomène de Lüders. La figure 4.13 illustre les profils de relaxation en fonction du rapport  $t_{a0}/t_0$ . Lorsque  $t_{a0} > t_0$ , le profil est assez plat au début de l'écoulement plastique de telle sorte que, dans la simulation par éléments finis, la localisation de la déformation soit retardée. Une description appropriée du pic en contrainte nécessite donc  $t_{a0} \leq t_0$ . Dans ce travail, nous prenons  $t_{a0} = t_0$ , de sorte qu'il existe un point fixe à  $p = 0$  quelle que soit la valeur de  $n$ . L'avantage majeur de choisir  $t_{a0} = t_0$  est que  $C_s$  demeure constant et égal à 0.63 lorsque  $p = 0$  pour toute valeur du paramètre  $n$ .  $t_0$  est identifié afin de contrôler le niveau de désancrage qui est représenté en bas de la figure 4.14. La valeur de  $t_0$  doit être prise de façon à minimiser le niveau d'ancrage final quand  $p \rightarrow +\infty$ .

#### Paramètre $P_1$

Le paramètre  $P_1$  contrôle la contribution liée au processus d'ancrage sur la contrainte d'écoulement. Il peut être interprété comme la force d'interaction entre les dislocations mobiles et les atomes de soluté. L'amplitude du pic de Lüders est directement liée à la valeur de  $P_1$ . La figure 4.15 illustre la procédure pour déterminer  $P_1$  à partir de  $R_{a0} = R_a(0) = 0.63P_1$ . La valeur de  $R_{a0}$  peut directement être estimée à partir de la hauteur du pic en contrainte expérimentale et de la valeur de limite initiale d'élasticité en l'absence de vieillissement. La valeur de  $P_1$  en découle.

#### Paramètre $n$

Le paramètre  $n$  contrôle l'aire de la zone hachurée dans la relaxation de  $C_s$  comme montré sur la figure 4.14. Ce paramètre est calibré afin de satisfaire la règle d'égalité des aires de Maxwell. Selon cette règle, la dissipation plastique entre  $p = 0$  et  $p = p_L$ , formée par la zone  $A(n)$  multipliée par  $P_1$  sur la figure 4.14, doit être égale à l'aire expérimentale sous le

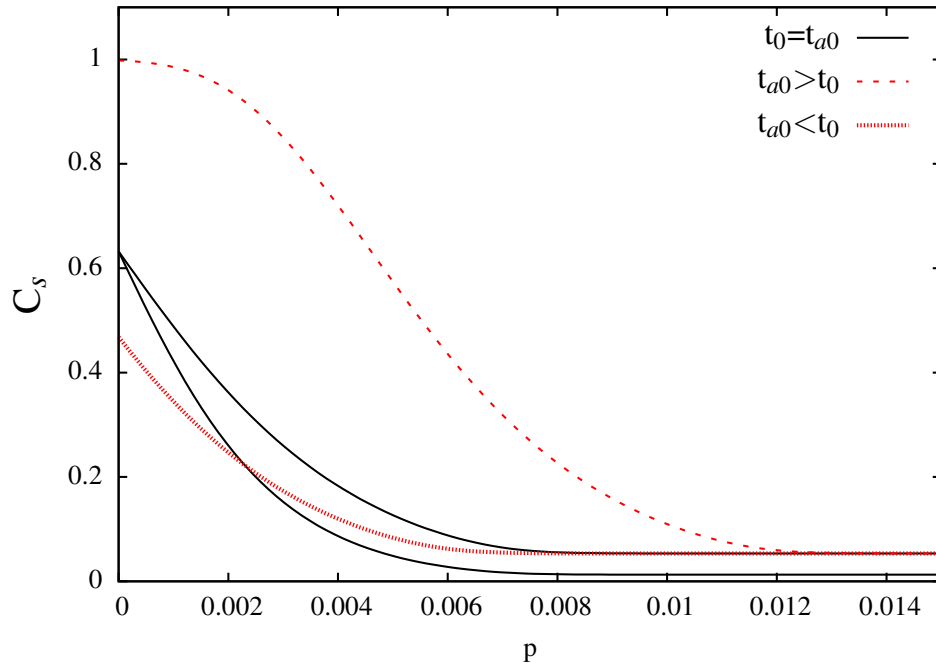


FIG. 4.13 – Profils de  $C_s$  en fonction de  $p$  au cours de l'essai de traction en fonction de la valeur initiale  $t_{a0}$  comparé au paramètre matériau  $t_0$ .

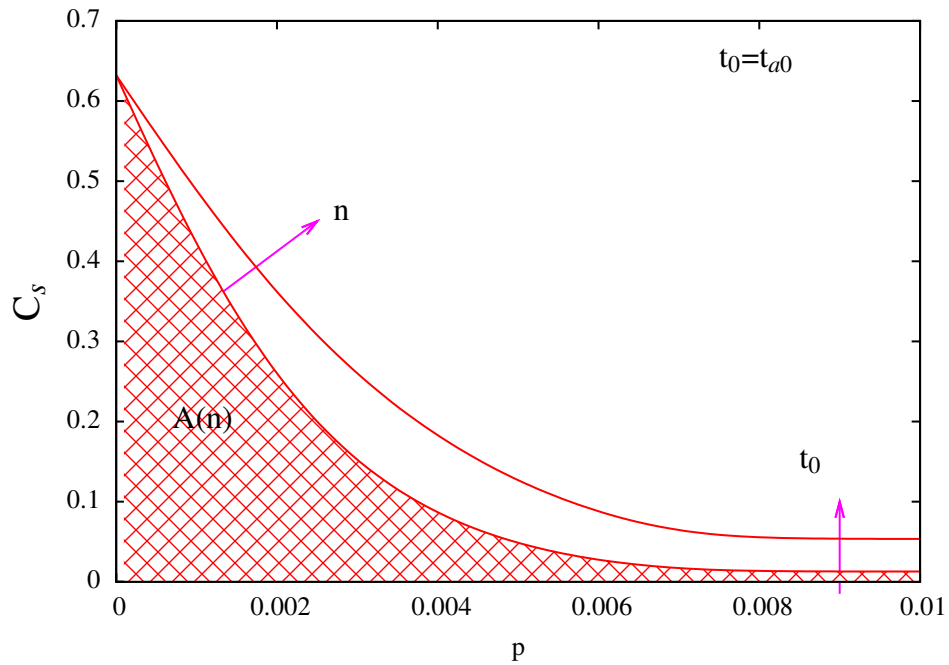


FIG. 4.14 – Évolution de la contribution du vieillissement  $C_s = R_a(p)/P1$  en fonction de la déformation plastique et du rôle des paramètres  $t_0$  et  $n$ .

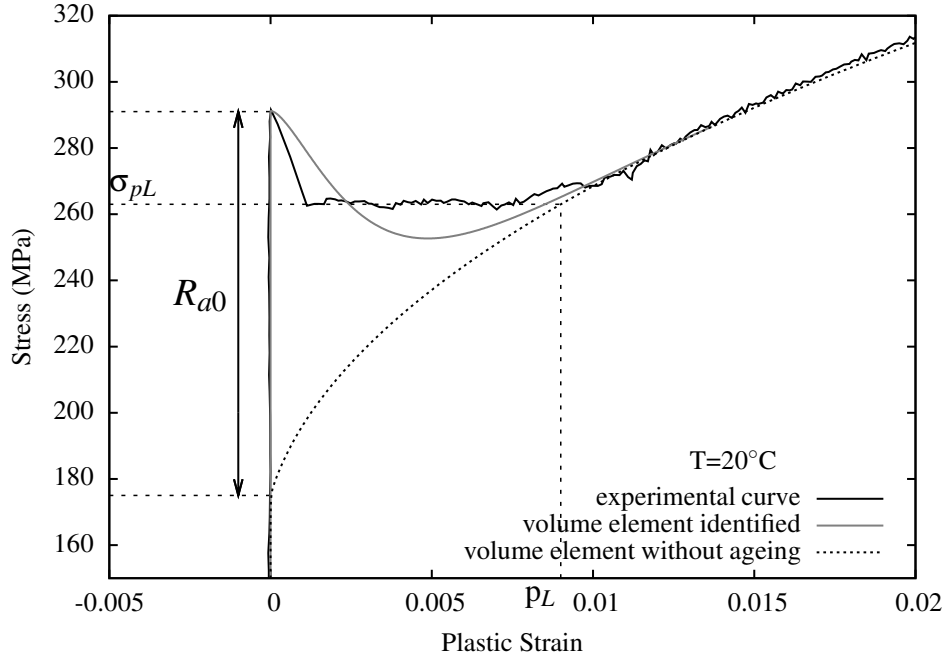


FIG. 4.15 – Détermination du paramètre  $P_1$  à partir de la courbe expérimentale et du pic de contrainte.

TAB. 4.4 – Paramètres de vieillissement du modèle.

T(°C)	-150	-100	-50	0	20
$P_1$ (MPa)	381	304	282	221	183.2
$t_0$ (s)	$3.49 \cdot 10^{13}$	$1.24 \cdot 10^{12}$	$2.81 \cdot 10^8$	$1.01 \cdot 10^5$	$1.59 \cdot 10^4$
$t_{a0}$ (s)	$3.49 \cdot 10^{13}$	$1.24 \cdot 10^{12}$	$2.81 \cdot 10^8$	$1.01 \cdot 10^5$	$1.59 \cdot 10^4$
$\omega$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$n$	0.137	0.144	0.199	0.306	0.334

plateau de Lüders. Cette zone multipliée par  $P_1$  est égale au produit de la contrainte  $\sigma_{pL}$  par la déformation de Lüders  $p_L$ . Il est rappelé que la déformation de Lüders est l'intersection entre le plateau et la courbe sans vieillissement (point matériel sans vieillissement) sur la figure 4.15.

Il a été mis en place dans le but d'estimer ce paramètre  $n$  une procédure d'identification par méthode inverse automatisée. L'aire expérimentale est renseignée et l'aire numérique doit être estimée à partir du modèle de comportement. À partir de ces deux informations, la résolution du problème d'identification consiste à minimiser une fonctionnelle qui mesure, pour une aire expérimentale donnée, l'écart entre la prévision du modèle et la réalité physique. L'aire numérique est calculée via une méthode des trapèzes finement discrétisée. La procédure calcule de manière automatique et itérative les valeurs des aires expérimentale et numérique en modifiant la valeur du paramètre  $n$  jusqu'à obtenir une convergence entre la grandeur expérimentale visée et la grandeur numérique calculée.

La Tableau 4.4 montre les paramètres liés au vieillissement optimisés pour toutes les températures.

#### 4.4.4 Validation sur des simulations par éléments finis 2D

La stratégie d'identification précédente présente l'avantage de ne nécessiter aucune simulation par éléments finis sur la totalité de l'échantillon. La localisation est prise en compte en considérant le pic de contrainte et l'existence de la règle de Maxwell pour l'énergie dissipée mais les simulations sont limitées à des calculs sur des points matériels uniquement. Ceci est en contraste avec les procédures d'identification existantes pour ces types de modèles, comme par exemple dans [Belotteau et al., 2009].

Cependant, les simulations par éléments finis sont nécessaires pour valider la capacité du modèle à saisir les principales caractéristiques des phénomènes de localisation de la déformation. La première validation est effectuée au moyen de simulations par éléments finis en 2D de la formation et de la propagation de bandes de Lüders. Les simulations sont réalisées avec le modèle non régularisé. La version non régularisée ne présente pas d'oscillations sur la courbe contrainte-déformation. Néanmoins, les simulations ont également été faites avec le modèle régularisé et les résultats sont identiques avec les deux versions. La prédiction générale des courbes contrainte-déformation pour les essais de traction peut être comparée aux courbes expérimentales. Cette comparaison inclut la hauteur de pic, le niveau du plateau et la déformation de Lüders. Ces résultats sont reportés sur la figure 4.16 qui montre les courbes de traction expérimentales et simulées à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour différentes températures. La prédiction de la hauteur du pic de Lüders et du niveau du plateau sont en bon accord avec les valeurs observées expérimentalement. La déformation de Lüders est quasiment identique à la longueur du plateau mesurée expérimentalement.

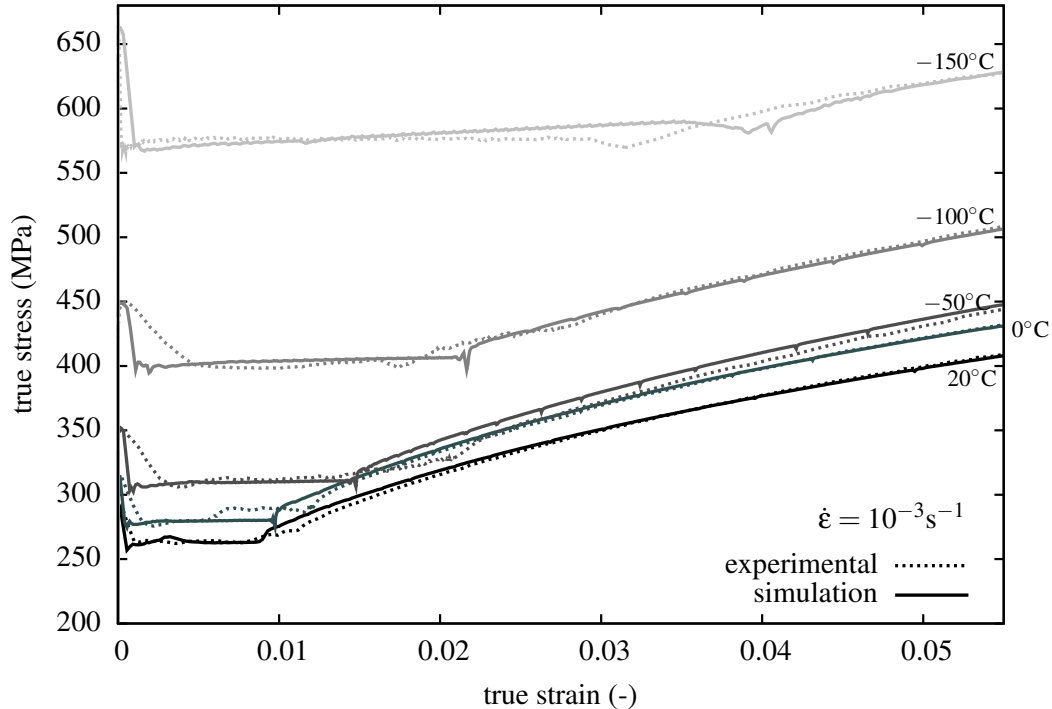


FIG. 4.16 – Comparaison entre les courbes expérimentales et simulées pour toutes les températures à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

#### 4.4.5 Validation sur éprouvettes 3D

Il est bien connu que les phénomènes de localisation de la déformation peuvent être très différents en 2D et 3D parce que les conditions de contraintes planes sont plus enclines à la localisation [Besson, 2004]. C'est pourquoi la validation finale est effectuée sur la géométrie de l'éprouvette 3D réelle. L'attention se concentre sur la formation de bandes inclinées avec la même orientation que celle observée expérimentalement dans la partie 3.4. La géométrie des éprouvettes est identique à celle utilisée expérimentalement, détaillée en figure 3.4. Les conditions aux limites sont détaillées sur la figure 4.17(a). La figure 4.18 montre l'évolution de la déformation plastique cumulée à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec les conditions limites 4.17(a). Le front de bande se trouve être plutôt horizontal ce qui est en contradiction avec les observations expérimentales.

En fait, l'orientation des bandes simulées dépend fortement de la vitesse de déformation. En effet, la simulation pour un taux de déformation de  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  avec les mêmes conditions aux limites conduit à une bande correctement inclinée. Des simulations à des vitesses de déformation supérieures mènent à des bandes coniques avec une intersection horizontale avec la surface extérieure de l'échantillon, en contraste avec les résultats expérimentaux. Dans une éprouvette cylindrique, toutes les bandes inclinées formant un angle de  $55^\circ$  par rapport à l'axe de traction sont théoriquement autorisées aux modes de localisation de la déformation. Dans la simulation par éléments finis, chacun d'eux peut se produire avec la même probabilité. Quand ils se font tous en même temps, une zone de localisation conique est obtenue comme sur la figure 4.18. Toute perturbation peut conduire à un mode de rupture de symétrie fait d'une seule bande inclinée comme nous le verrons dans le paragraphe suivant.

Si le matériau est très instable, une perturbation numérique qui est inévitable dans la mécanique de calculs, est suffisante pour induire une telle brisure de symétrie. Cependant, la viscosité peut stabiliser le mode en forme de cône. Actuellement, il n'existe aucun outil théorique capable de nous dire à partir des valeurs des paramètres du matériau, y compris la viscosité, si une perte d'axisymétrie ou en mode de cône se produira. Pour le vérifier, une analyse de perturbations complète en éléments finis doit être effectuée. Plusieurs critères de localisation sont disponibles, comme il est discuté dans [Mazière and Dierke, 2012], mais, dans leur forme actuelle, ils ne peuvent pas être utilisés pour prédire le mode de localisation possible qui apparaîtra dans les simulations 3D. Il s'agit d'une voie pour un futur travail de recherche sur la sensibilité aux imperfections des phénomènes de localisation de la déformation liées aux instabilités élastoviscoplastiques.

Pour déclencher l'inclinaison des bandes de Lüders à des vitesses de déformation plus élevées, nous avons constaté qu'une perturbation sur les conditions aux limites citées précédemment devait être introduite comme illustré sur la figure 4.17(b). La condition de chargement principale consiste à imposer un déplacement de la tête de l'éprouvette de 6.72 mm le long de l'axe vertical. La vitesse de déformation est égale à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Un petit déplacement horizontal de la tête de l'éprouvette de  $100 \mu\text{m}$  est également imposé ce qui correspond à 1.5 % du déplacement global vertical imposé. Ces petites perturbations sont réalistes et doivent se produire dans le système pour des essais mécaniques comme l'essai de traction notamment dû au léger désalignement des barres d'amarrage. La propagation de la bande de Lüders peut être observée sur la figure 4.19. Celle-ci commence près d'un congé de l'éprouvette. L'orientation du front de bande est déterminé en visualisant la vitesse de déformation plastique au sein de l'échantillon.

Les profils de déformation plastique le long d'une ligne verticale sur la surface extérieure de l'éprouvette sont donnés sur la figure 4.20 à différents instants temporels au cours de la propagation d'une bande de Lüders. Un front de bande diffus est observé sur tous les

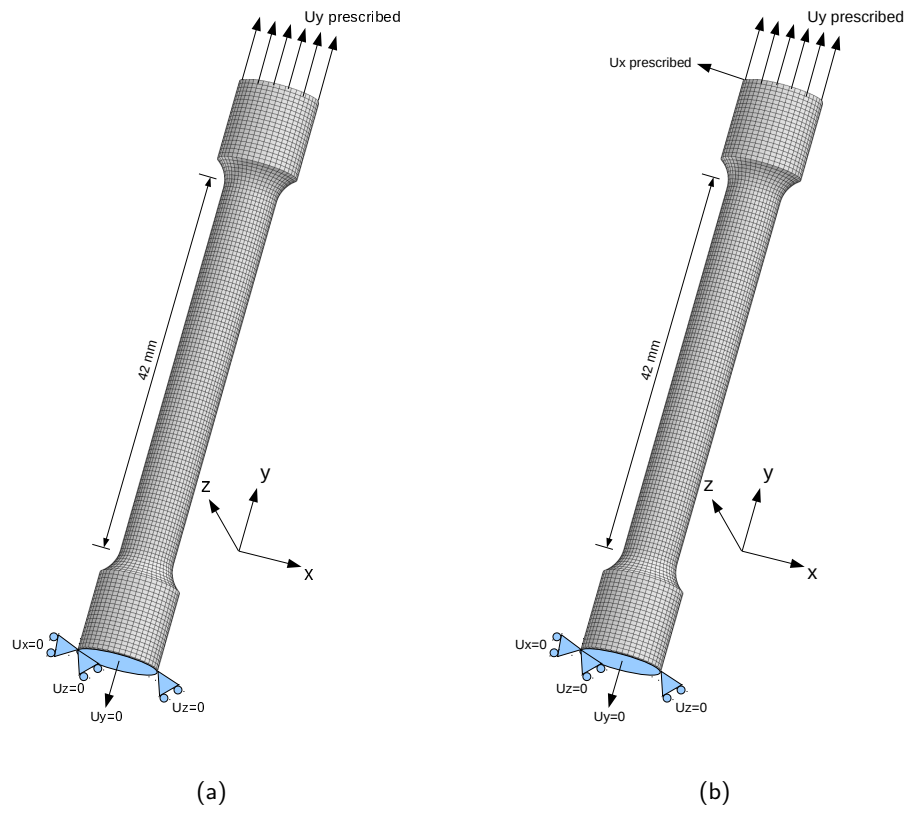


FIG. 4.17 – maillage 3D et conditions aux limites. (a) déplacement vertical imposé; (b) déplacements vertical et horizontal imposés.

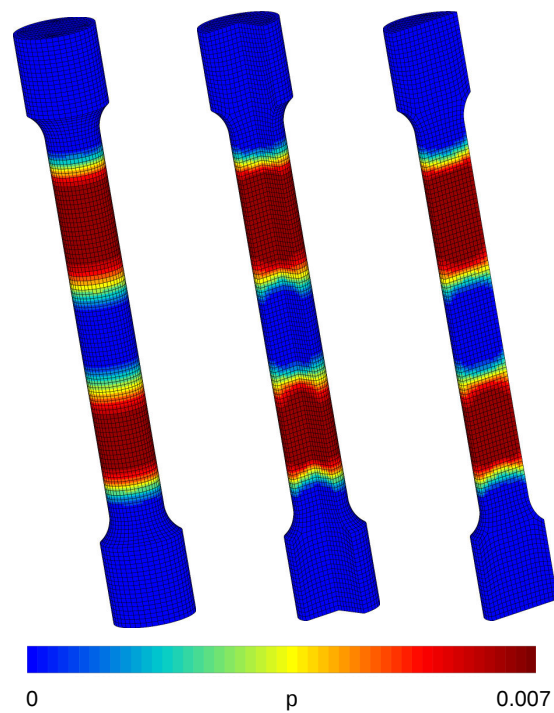


FIG. 4.18 – Évolution de la déformation plastique cumulée à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec les conditions aux limites de la figure 4.17(a). Vue de la surface extérieure (à gauche), 3/4 de de l'échantillon (au milieu), moitié de l'échantillon (à droite).

profils. Une bosse est visible sur la partie inférieure de la bande probablement due à la formation de bandes qui se chevauchent en provenance de la zone proche des mors de l'éprouvette. Ces bosses ne sont pas sans rappeler les oscillations observées sur ces mêmes profils expérimentaux sur la figure 3.16.

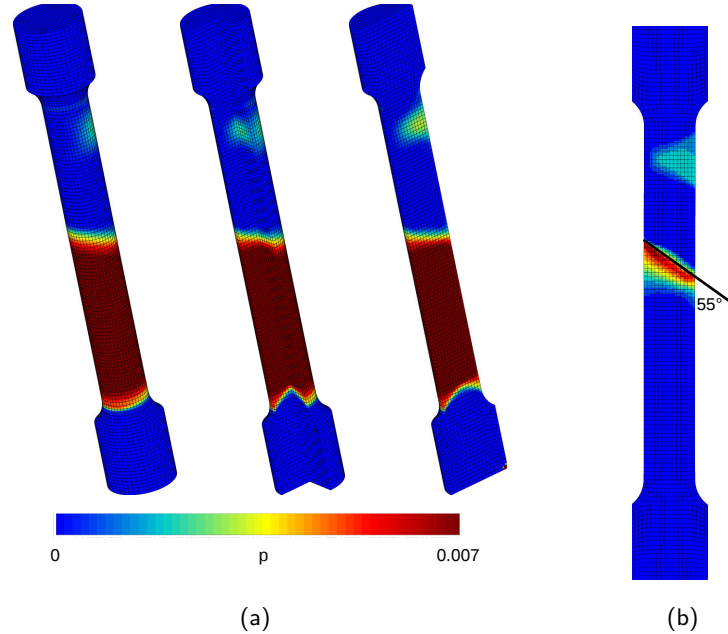


FIG. 4.19 – (a) Évolution de la déformation plastique cumulée à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec les conditions aux limites de la figure 4.17(b). (b) Section de l'éprouvette avec la vitesse de déformation plastique pour mesurer l'orientation de la bande par rapport à l'axe de traction.

## 4.5 Conclusion

L'étude numérique montre qu'il est possible de simuler le phénomène de Lüders avec la mise en place d'une loi locale présentant un adoucissement tel que [Tsukahara and lung, 1998] l'ont déjà fait. Cette loi de comportement est constituée d'un triple écrouissage isotrope non-linéaire dont un terme possède un coefficient négatif traduisant l'adoucissement. Cependant, la taille de maille et la forme des éléments se révèlent être déterminants pour la bonne convergence du calcul. L'influence de ces paramètres sur la courbe globale sont importants. Une dépendance sévère des résultats est constatée par rapport au choix du maillage initial. Le modèle est donc régularisé à l'aide d'un modèle à gradient de déformation pour s'affranchir de cette dépendance. Les résultats obtenus sont satisfaisants puisque la dépendance au maillage a disparu. Il est désormais possible d'envisager la simulation d'un problème avec la prise en compte du phénomène de Lüders sans tenir compte des problèmes de maillage. Au-delà des aspects liés au maillage, l'évolution de la déformation plastique et sa vitesse associée sont en bon accord avec l'expérimental, [Louche and Chrysochoos, 2001, Hähner and Kubin, 1992, Soler, 1998]. Néanmoins, l'utilisation de ce modèle est trop limitée car uniquement phénoménologique. On ne peut envisager une représentation fidèle et physique du phénomène avec ses mécanismes associés avec un tel modèle. C'est pourquoi, le modèle KEMC a été adopté et identifié. Une proc-



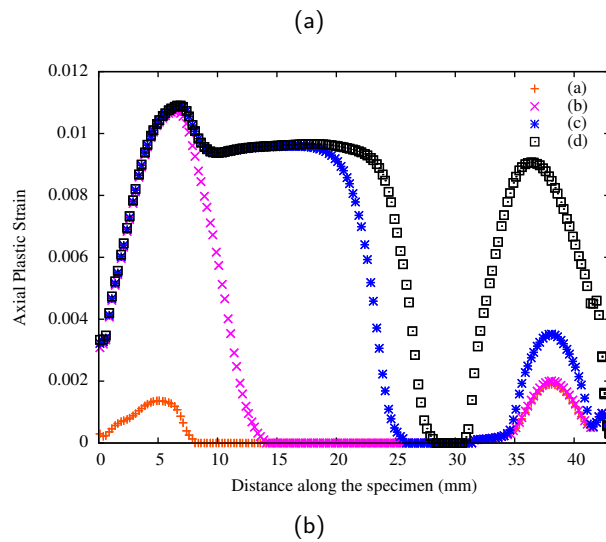
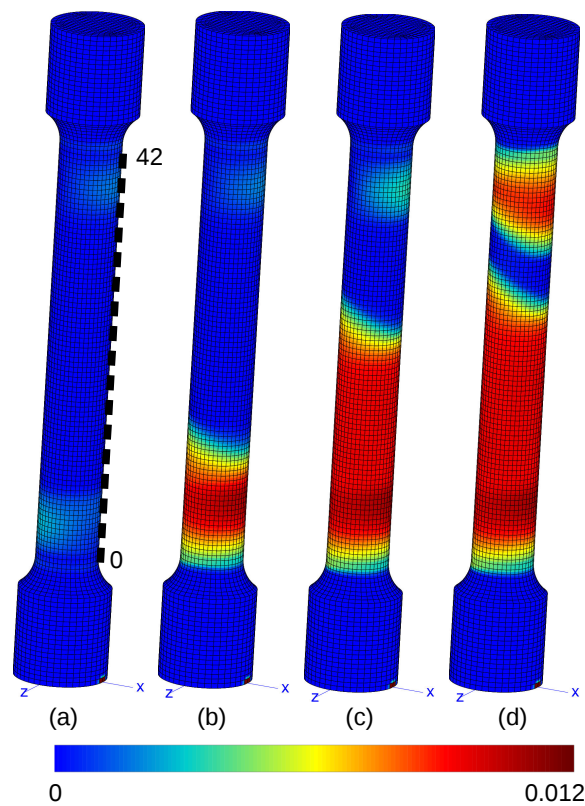


FIG. 4.20 – Profils de déformation plastique le long d'une ligne verticale tracée sur la face externe à la surface de l'échantillon (ligne pointillés noirs) à quatre différentes étapes de la progression de la bande de Lüders pour un essai de traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  : (a) correspond au champ de déformation plastique ; (b) profils de déformation plastique.

dure d'identification systématique a été développée pour ce type de modèle en présence de vieillissement statique. L'identification à plusieurs vitesses et températures est validée. Les résultats montrent une très bonne corrélation avec les résultats expérimentaux.

Ce chapitre a fait l'objet d'une publication dans le journal *Philosophical Magazine*, [Marais et al., 2012].



## Comportement à rupture : étude expérimentale

*La caractérisation du comportement de l'acier A42 a mis en évidence une sensibilité au vieillissement statique. La présence du pic de contrainte suivi du plateau de déformation impacte la définition de la limite macroscopique d'élasticité. L'objectif est d'observer et de quantifier l'influence de ce vieillissement statique sur les propriétés à rupture du matériau. Des essais de résilience permettent de construire les courbes de transition ductile–fragile. Différentes courbes sont construites pour les états de réception, écroui et écroui–vieilli du matériau. Ces essais permettent de constituer une base expérimentale solide sur laquelle s'appuiera la simulation numérique de cet essai et la prédiction de cette transition pour les différents états du matériau.*

### 5.1 Essais de résilience Charpy

---

#### 5.1.1 Procédure expérimentale

Tous les essais de résilience ont été réalisés au sein du laboratoire d'essais mécaniques de EDF R&D Les Renardières sur un mouton-pendule Charpy instrumenté Zwick RKP 450 disposant d'une énergie initiale de 450 Joules. La fréquence d'acquisition du signal de charge est de 250 kHz. Les essais Charpy ont été effectués dans des conditions de chargement dynamique, vitesse d'impact de  $5 \text{ m.s}^{-1}$ .

Le fonctionnement du mouton pendule et le déroulement des essais suivent une procédure bien établie répondant aux normes en vigueur. Les frottements du marteau sont contrôlés annuellement et validés selon la norme. La mise en température des éprouvettes est assurée dans une enceinte isotherme placée dans le prolongement de la position de l'éprouvette sur ses appuis. La régulation de l'enceinte est assurée par deux thermocouples dont un placé en contact avec l'éprouvette et l'autre thermocouple dans l'enceinte. Lorsque le thermocouple en contact avec l'éprouvette indique la valeur requise pour l'essai, un temps de maintien de trente minutes est assuré avant de placer l'éprouvette sur ses deux appuis par l'intermédiaire d'un rail. Le marteau est ensuite libéré et vient percuter l'éprouvette. Le temps écoulé entre la sortie de l'enceinte et la rupture de l'éprouvette est inférieur à 5 secondes. L'expansion latérale est mesurée à l'aide d'un comparateur. La « cristallinité » est déterminée par observation à la loupe binoculaire en mesurant la surface de « cristallinité » qui correspond à la fraction du faciès qui présente un aspect brillant (caractéristique de la rupture fragile).

Les essais de résilience sont réalisés sur une plage de température allant de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $80^{\circ}\text{C}$  ce qui permet de couvrir pleinement la transition ductile–fragile de notre matériau, zone où la rupture fragile est précédée d'un écoulement plastique important et parfois d'une déchirure ductile. Les éprouvettes ont été prélevées dans le sens de prélèvement T-L, plan de prélèvement en annexe A.

La géométrie des éprouvettes utilisées est montrée sur la figure 5.1. La même géométrie est conservée pour tous les essais. Les éprouvettes sont des éprouvettes entaillées en V selon la norme [AFNOR, 1990], les plus couramment utilisées pour tester des aciers ferritiques et la plupart des matériaux. La résilience mesurée n'est pas une grandeur intrinsèque au matériau et va dépendre de la géométrie de l'entaille. La section de la surface de rupture est de  $0.8 \text{ cm}^2$ .

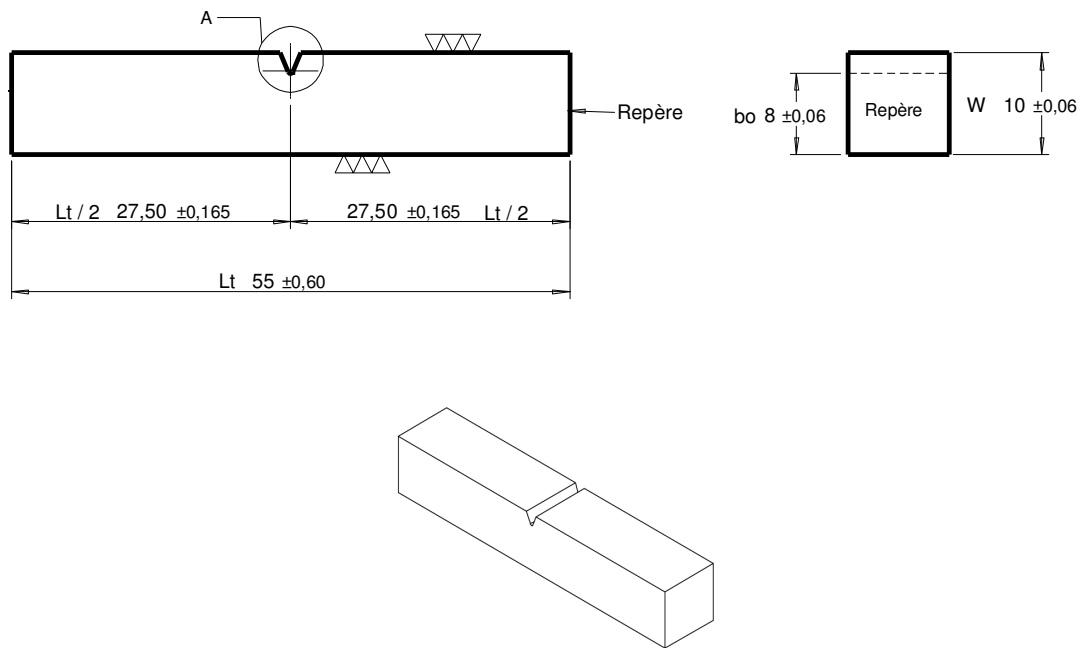


FIG. 5.1 – Géométrie des éprouvettes Charpy entaillées en « V ».

L'énergie absorbée par l'éprouvette pendant le choc, est donnée par l'écart entre la hauteur initiale  $h_i$  du marteau et la hauteur finale atteinte  $h_f$  :

$$K_v = mg(h_i - h_f) \quad (5.1)$$

avec  $m$  qui représente la masse du marteau et  $g$  l'accélération de la pesanteur. Cette différence d'énergie potentielle est déterminée, dans la version la plus simple de l'appareillage, à l'aide d'un cadran permettant de mesurer l'angle de rotation du pendule.

### 5.1.2 Matrice d'essais

Les matrices des essais de résilience sont présentées dans le Tableau 5.1. Trois conditions du matériau différentes sont testées afin de mesurer et quantifier l'influence du vieillissement sur la rupture fragile. La première condition à l'état de réception (ER) permet d'observer à l'état initial le comportement à rupture de l'acier A42. La seconde condition implique des éprouvettes issues d'une pré-déformation à 5% de déformation d'un barreau de traction à travers lequel les éprouvettes ont été usinées. Cette condition permet d'analyser l'influence de l'écrouissage sur la rupture mais surtout d'annihiler l'effet du vieillissement. Enfin, la dernière condition prend également en compte les mêmes éprouvettes écrouies mais un

vieillessement thermique supplémentaire a été imposé afin de mettre en évidence l'influence du vieillissement sur la rupture.

Essais Charpy	Température (°C)							
	-100	-50	-20	0	20	40	60	80
ER	2	2	20	3	3	×	2	2
Pré-Écroui 5%	2	2	18	3	5	2	2	2
Pré-Écroui 5% - Vieilli	2	2	18	3	5	2	2	2

TAB. 5.1 – Matrice des essais Charpy en nombre d'éprouvettes.

### 5.1.3 Pré-écrouissage des éprouvettes Charpy

Pour tester et construire les courbes de résilience dans les trois conditions prévues (ER, écroui 5% et écroui 5%–vieilli), il est nécessaire de pré-conditionner les éprouvettes pour répondre à nos attentes. Une première série d'éprouvettes est usinée dans la tôle étudiée selon le plan en annexe A. Pour les deux autres conditions, il faut écrouir les éprouvettes de résilience selon un niveau égal à 5% de déformation. Pour ce faire, un barreau massif de traction est prélevé dans le sens travers dans la même tôle selon les conditions du plan en annexe E. Ce barreau est soumis à une traction jusqu'au niveau de déformation souhaité. La courbe de traction sur la figure 5.2 montre l'évolution de la contrainte-déformation pour cette pré-déformation.

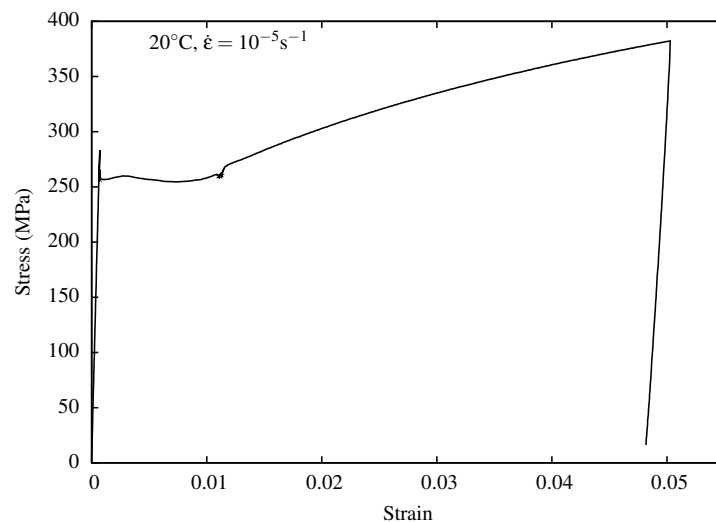


FIG. 5.2 – Courbe contrainte-déformation mesurée par l'extensomètre pour l'écrouissage du barreau en traction.

Une fois le barreau écroui, les éprouvettes de résilience sont usinées selon le plan d'usage en annexe F. La moitié des éprouvettes prélevées est conservée pour les tester telles quelles alors que la seconde moitié des éprouvettes subit un vieillissement thermique au four pendant 30 minutes à 250°C. Il s'est écoulé jusqu'à quatre mois entre le pré-écrouissage du barreau et les derniers essais de résilience (condition écrouie). Ces deux conditions permettent de comparer les différences entre des états non-vieilli et vieilli afin de mesurer et

d'observer par la suite l'influence du vieillissement statique sur la rupture car l'écroutissage annule le vieillissement initial, ce qui peut être attribué au décrochage des atomes en solutés.

#### 5.1.4 Résultats des essais de résilience

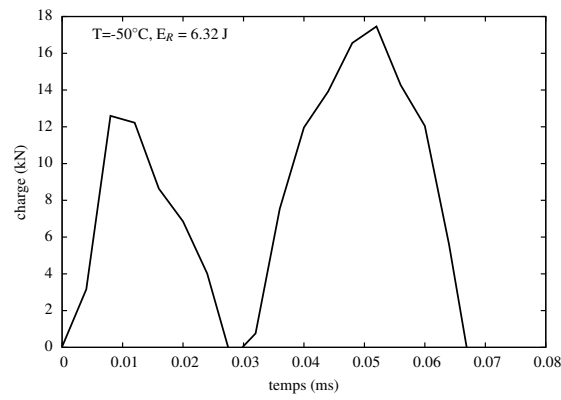
L'instrumentation du mouton-pendule pour nos essais est utile. Les courbes obtenues, figure 5.3, permettent d'imaginer le mode de rupture de l'éprouvette. Le tracé de ces courbes permet également de s'assurer du bon déroulement de l'essai puisque un mauvais positionnement de l'éprouvette sur les appuis se traduit par une évolution particulière et singulière de la force en fonction du temps. Une information indécélable uniquement à travers la lecture de l'énergie au cadran du mouton. Pour les très basses températures, à faible énergie, l'interprétation de la courbe charge-déplacement est rendue très difficile à cause des effets inertiels, voir figure 5.3. Ces oscillations rendent difficiles l'exploitation des courbes pour les très basses températures lorsque la rupture intervient très tôt. Cette figure 5.3 montre trois types de courbes expérimentales, charge en fonction du temps, issues d'essais de résilience pour la matériau à l'état de réception (ER). Ces trois courbes sont représentatives des trois modes de rupture : fragile (a), fragile après déchirure ductile (b) et ductile (c). La durée de l'essai est très courte et varie entre 0.1 ms et quelques millisecondes selon le type de rupture. Dans la zone de transition ductile-fragile, cette durée est typiquement de l'ordre de la milliseconde. Les courbes montrent la nature dynamique de l'essai en présentant des oscillations importantes surtout lors du début du chargement.

Le premier pic visible sur les courbes charge-temps, voir figure 5.3, est provoqué par des effets inertiels liés à la dynamique de l'essai. [Rossoll, 1998] a montré que la forme de ce pic, bien visible sur la figure 5.3(a), est conditionnée par le type de mouton utilisé. Un tel pic montre une machine d'essai très rigide avec une souplesse très faible qui induit une erreur faible sur le calcul de la déflexion (déplacement à rupture) à partir de l'enregistrement.

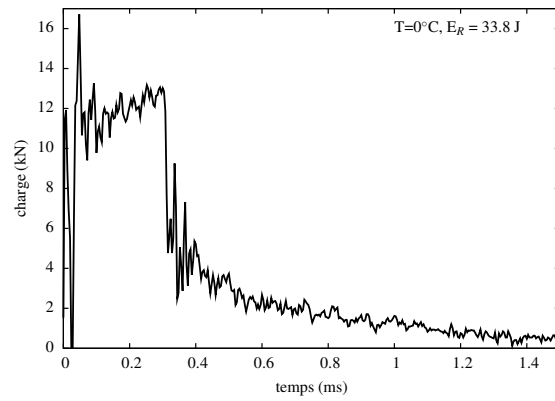
La figure 5.4 montre les résultats des courbes charge-déplacement obtenues à partir de l'instrumentation de l'essai Charpy pour le matériau à l'état de réception. On distingue clairement le caractère évolutif de la rupture en fonction de la température. La rupture est brutale (sûrement fragile) aux basses températures, de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $-20^{\circ}\text{C}$ . On commence à distinguer une augmentation du déplacement avec une diminution plus progressive de la charge à partir de  $0^{\circ}\text{C}$ . À  $20^{\circ}\text{C}$ , l'écoulement plastique est important avant la rupture finale. À partir de  $60^{\circ}\text{C}$ , le déplacement à rupture est important et la chute de la charge très progressive qui traduit manifestement l'omniprésence de la déchirure ductile. On peut à partir de ces courbes charge-déplacement récolter des informations sur le type de rupture et sur le bon déroulement de l'essai. L'identification complète de la nature de la rupture ne peut se faire sans l'analyse complémentaire du faciès de rupture de l'éprouvette. On remarque qu'à  $20^{\circ}\text{C}$ , une éprouvette est anormalement fragile en comparaison avec les deux autres essais pour cette même température.

La figure 5.5 montre les résultats des essais de résilience en terme d'énergie absorbée à rupture en fonction de la température pour les trois conditions du matériau. De même, l'évolution du déplacement à rupture en fonction de la température est reportée en figure 5.6. La gamme de température est plus restreinte de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $20^{\circ}\text{C}$  pour se focaliser sur l'analyse de la partie basse de la transition ductile-fragile mais surtout ces grandeurs ne peuvent être définies de manière précise que pour une rupture finale par clivage.

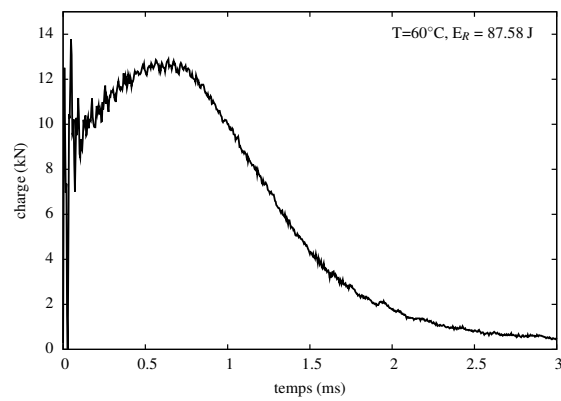
Les essais de résilience présentent une dispersion importante des résultats. Cette dispersion est clairement mise en évidence à travers la figure 5.5 où pour une même température des écarts de plusieurs dizaines de Joules en énergie sont constatés. Cette dispersion est



(a)



(b)



(c)

FIG. 5.3 – Courbes charge en fonction du temps pour 3 températures différentes à l'état ER. (a) à  $-50^\circ\text{C}$ , rupture fragile. (b) à  $0^\circ\text{C}$ , rupture fragile après propagation ductile. (c) à  $60^\circ\text{C}$ , rupture ductile.



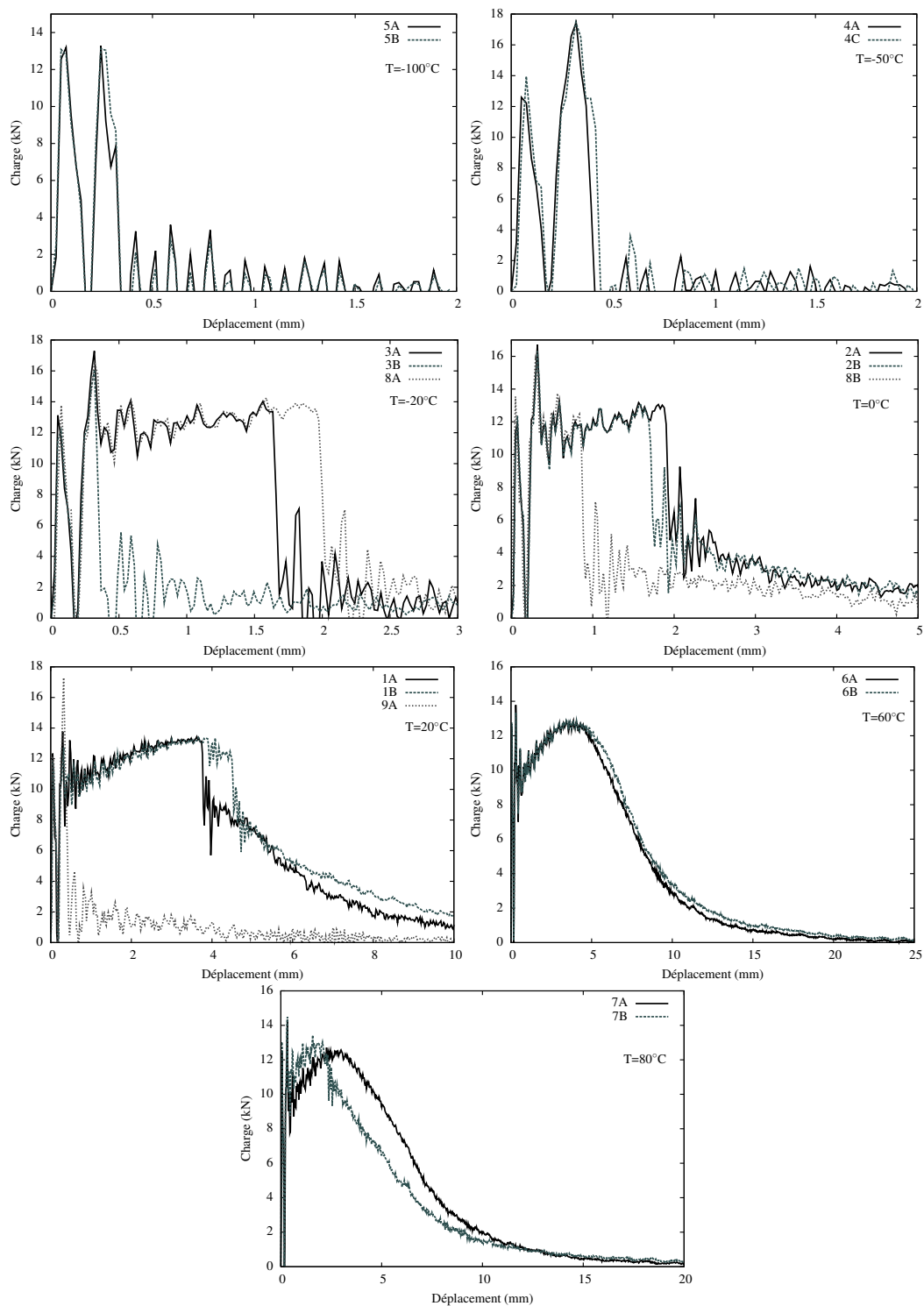


FIG. 5.4 – Courbes charge-déplacement obtenues à différentes températures pour l'état ER.

intrinsèque. Cependant, certains résultats (à 80°C à l'état ER ou encore à 40°C à l'état écroui-vieilli) mériteraient de multiplier les essais pour mieux analyser l'origine de ces écarts.

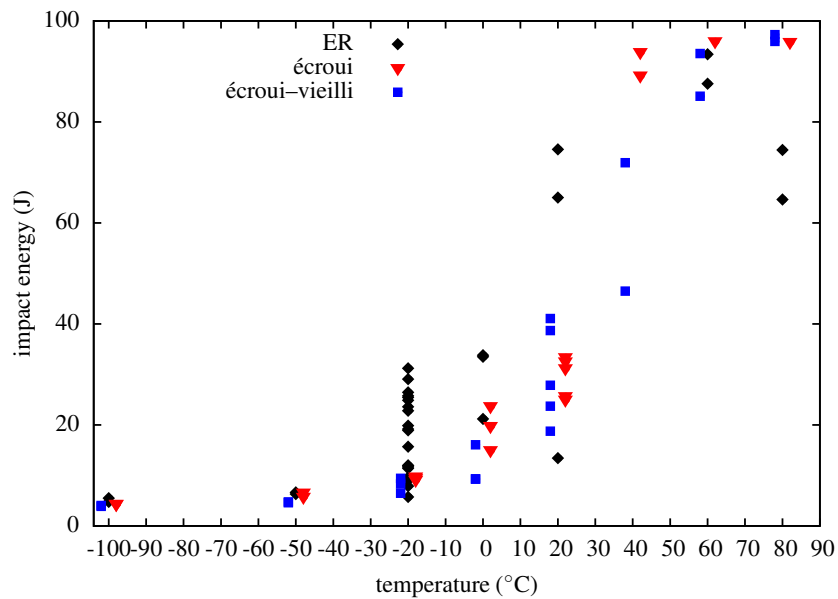


FIG. 5.5 – Énergie de rupture absorbée en fonction de la température pour les 3 conditions du matériau.

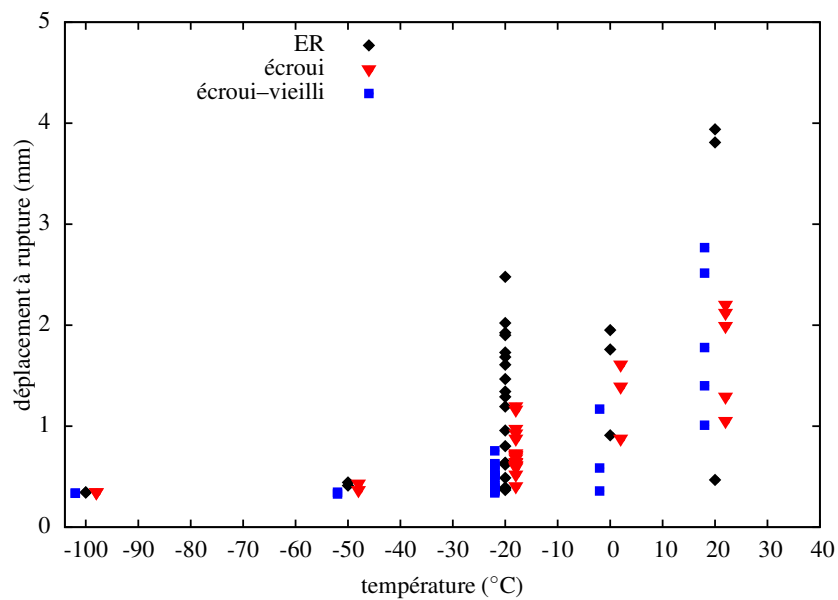


FIG. 5.6 – Déplacement à rupture en fonction de la température pour les 3 conditions du matériau pour la transition basse de -100°C à 20°C.

Tous les résultats expérimentaux des essais Charpy pour toutes les conditions matériaux sont détaillés en annexe G, les courbes de résilience, la « cristallinité », l'expansion latérale.

## 5.2 Courbes de transition ductile–fragile

La prédiction de la transition ductile–fragile en présence de vieillissement statique passe par des essais de résilience Charpy avec des éprouvettes vieilles. Le plan d'expérience envisagé est exposé dans le Tableau 5.1. On sait que la déformation tend à décaler la transition ductile–fragile de notre matériau vers les plus hautes températures. De ce fait, des essais sont prévus sur des éprouvettes pré-déformées à 5 % de déformation. Une autre série de tests est programmée avec les mêmes conditions de pré-déformation mais avec un vieillissement supplémentaire de 30 minutes à une température de 250°C.

### 5.2.1 Traçage des courbes de résilience Charpy

Une des caractéristiques de la courbe de résilience est la dispersion importante dans la zone de transition ductile–fragile. Les données sont donc lissées avant d'exploiter cette courbe. On utilise couramment une loi en  $\tanh$ , [Rousselier, 1977], pour lisser les données expérimentales. Une fonction de type  $\tanh$  est identifiée sur le nuage de points expérimentaux à l'aide d'une méthode des moindres carrés. Le tracé des courbes de transition de la résilience, de la « cristallinité » et de l'expansion latérale à partir des résultats obtenus sur un certain nombre d'éprouvettes KCV laisse une large place à l'interprétation subjective, surtout, comme dans notre cas, lorsque la dispersion est importante et le nombre d'essais relativement réduit. Les paramètres  $Y_0$ ,  $Y_1$ ,  $T_0$  et  $T_1$  sont définis sur la figure 5.7.

$$Y = Y_0 + Y_1 \tanh\left(\frac{T - T_0}{T_1}\right) \quad (5.2)$$

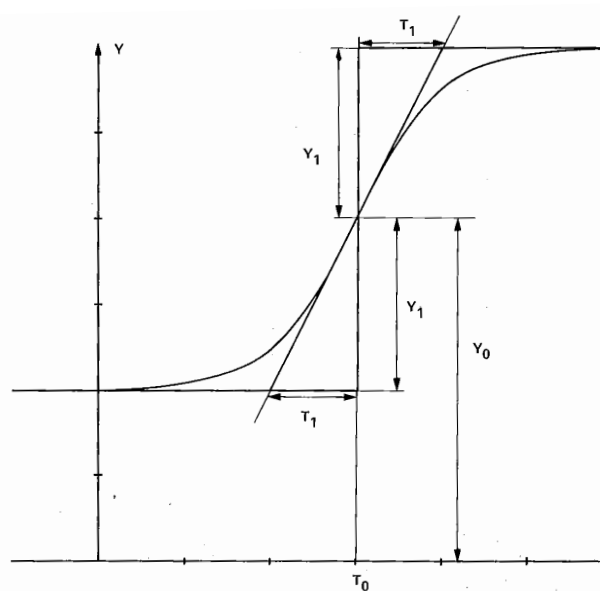


FIG. 5.7 – Lissage des essais de résilience en  $\tanh$ , [Rousselier, 1977].

### 5.2.2 Courbe de transition ductile–fragile à l'état ER

Ainsi, à partir des essais de résilience et des énergies obtenues sur la figure 5.5, il est possible de tracer et de lisser à travers ces résultats expérimentaux la courbe de transition

ductile–fragile. La dispersion expérimentale ne facilite pas le lissage et l'interprétation de la courbe obtenue sur la figure 5.8. Le niveau d'énergie du palier haut est de 90 Joules. Un nombre important d'éprouvettes a été testé à la température de  $-20^{\circ}\text{C}$  pour étudier la dispersion du matériau et identifier le modèle de prédiction de rupture par clivage par la suite.

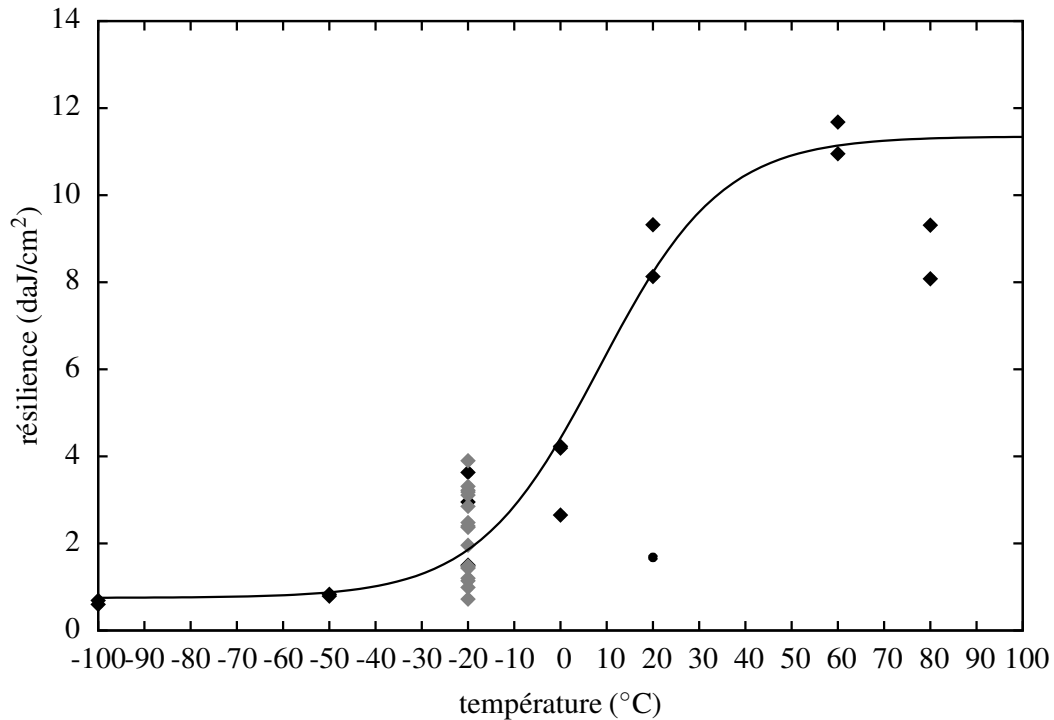


FIG. 5.8 – Courbe de transition de résilience en fonction de la température pour l'état ER.

Cette première courbe de transition pour le matériau à l'état de réception (ER) sert de référence pour la suite de l'étude. L'objectif de l'étude est d'étudier l'influence de l'écrouissage et du vieillissement sur la transition ductile–fragile. Cette étude passe par une comparaison de plusieurs courbes de transition pour différents états du matériau afin d'isoler et d'analyser l'influence du vieillissement sur la transition.

Certains points expérimentaux sur la figure 5.8 restent problématiques. Notamment à la température de  $20^{\circ}\text{C}$  où la résilience pour un essai est très faible comparée aux deux autres éprouvettes testées. De même, les énergies à la température de  $80^{\circ}\text{C}$  se révèlent inférieures à celles relevées à la température de  $60^{\circ}\text{C}$ . L'examen de la position relative de ces éprouvettes dans le prélèvement de la tôle, annexe A, ne permet pas d'expliquer les raisons de ces différences. Les éprouvettes sont situées sur le bord supérieur de la tôle et prélevées près de la peau externe et à cœur de la tôle. Les marques laissées par les appuis sur les éprouvettes rompues sont symétriques ce qui ne permet pas d'expliquer ces écarts.

### 5.3 Comparaison des 3 conditions matériau

Dans le but d'observer et de quantifier l'influence du vieillissement sur la rupture, les deux autres conditions sur le matériau sont testées. Après le tracé de la courbe de transition de résilience pour l'état de réception du matériau sur la figure 5.8, la même procédure est

appliquée pour la construction des courbes pour l'état écroui à 5% de déformation et l'état écroui à 5% de déformation et vieilli 30 minutes à 250°C .

### 5.3.1 Courbe de transition ductile–fragile, « cristallinité »

La figure 5.9 expose les courbes de résilience comparative pour les trois conditions matériau énoncées précédemment. La résilience est calculée à partir de l'énergie dépensée pour la rupture qui est elle-même obtenue par intégration à partir des informations récoltées par l'instrumentation du couteau du mouton pendule avec des jauges de contraintes ou bien encore à partir de l'expression 5.1. La résilience est une grandeur normée par la surface de rupture de l'éprouvette.

La transition ductile–fragile se trouve décalée vers les plus hautes températures pour la condition écrouie. L'écrouissage fragilise le matériau ce qui entraîne des énergies à rupture plus faibles, précisément dans le bas de la transition. La charge à rupture pour le matériau écroui se trouve plus élevée comparée au matériau à l'état de réception (courbe 5.11). Cependant, le déplacement à rupture est proportionnellement encore plus faible donc l'aire sous la courbe charge–déplacement qui traduit l'énergie absorbée est plus faible. Le lissage des données pour le traçage des courbes de transition conduit à une interprétation subjective des résultats. La dernière condition, écroui 5% et vieilli 30 minutes à 250°C , tend à amplifier et accentuer le décalage vers les hautes températures comparée à la condition uniquement écrouie.

La figure 5.10 montre sur le taux de cristallinité la même tendance en terme de décalage vers des températures plus hautes de la transition en fonction des conditions du matériau. Le décalage est légèrement plus net en comparaison avec les courbes de transition en résilience, figure 5.9. La « cristallinité » estime la proportion de rupture fragile par un aspect brillant du faciès de rupture. Cette « cristallinité » est mesurée directement sur le faciès de rupture par l'estimation des surfaces brillantes et mates qui différencient respectivement la rupture fragile de la déchirure ductile.

L'interprétation de ces décalages en terme de courbes de transition lissées n'est pas si évidente. Les courbes tracées par interpolation ne mettent pas distinctement en avant le décalage vers les hautes températures en fonction de l'état du matériau comme l'illustrent si bien les courbes dans [Houssin et al., 1980]. À travers ces précédents résultats comme ceux de [Houssin et al., 1980], on sait que l'effet de l'écrouissage mais également du vieillissement tendent bien à décaler et fragiliser la transition vers les hautes températures. Intéressons-nous pour la suite à l'étude des résultats expérimentaux pour les trois conditions du matériau en terme d'énergie.

### 5.3.2 Courbe charge–déplacement

La figure 5.11 montre les courbes charge–déplacement pour les trois états du matériau pour deux températures dans la transition. Des essais représentatifs ont été choisis arbitrairement dans chaque série d'essais pour chaque condition à chaque température. Les courbes montrent et confirment les mêmes conclusions faites à partir des courbes de résilience et des valeurs des énergies, figure 5.9. Le niveau de charge maximale est supérieur pour les états écroui et écroui–vieilli dû respectivement à l'effet de l'écrouissage et au vieillissement. Il n'y pas d'influence sur le type de rupture constatée pour les deux températures. Les déplacements à rupture sont plus faibles pour l'état écroui avec une diminution encore du déplacement à rupture pour l'état écroui et vieilli. On remarque également que la hauteur

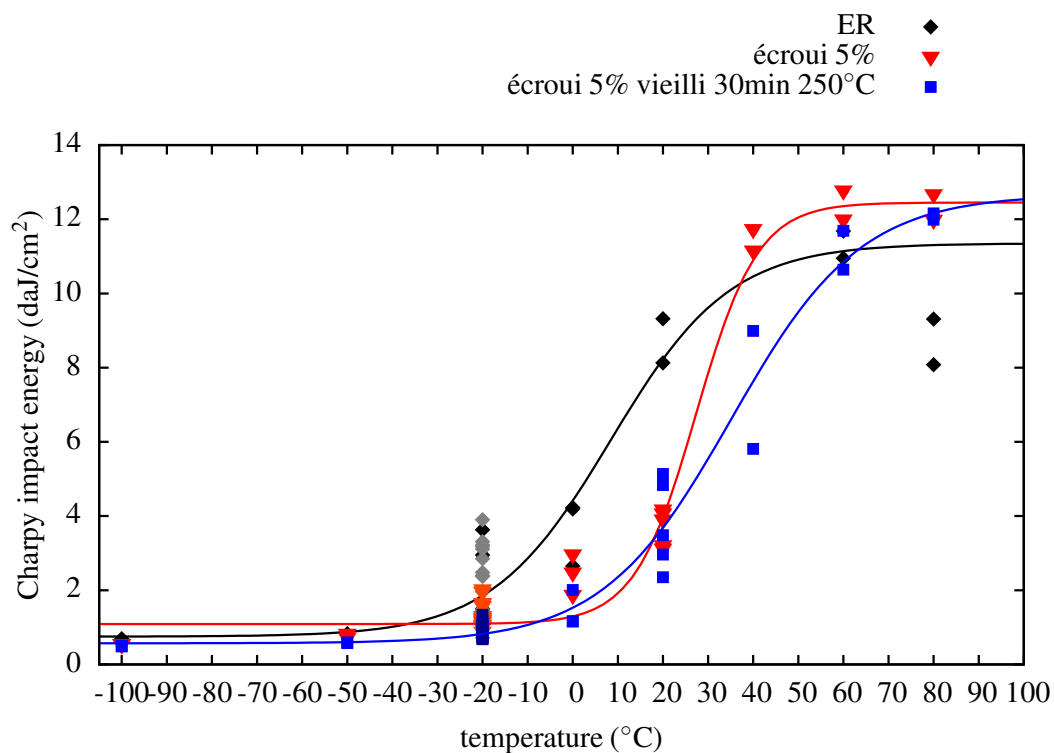


FIG. 5.9 – Courbes de transition de résilience en fonction de la température pour les 3 conditions, ER, 5% de déformation et 5% de déformation + vieilli.

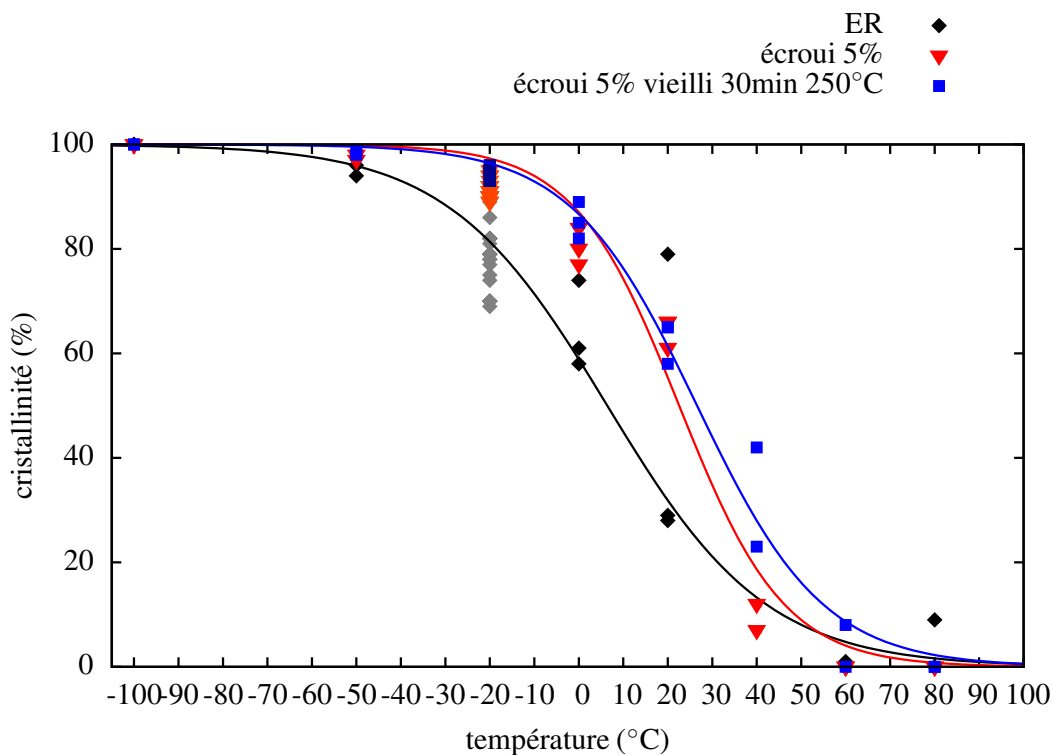


FIG. 5.10 – Courbes de « cristallinité » en fonction de la température pour les 3 conditions, ER, 5% de déformation et 5% de déformation + vieilli.

du second pic se trouve modifiée selon les conditions du matériau. Ce dernier est de plus en plus élevé, respectivement de l'état ER à écroui et écroui-vieilli.

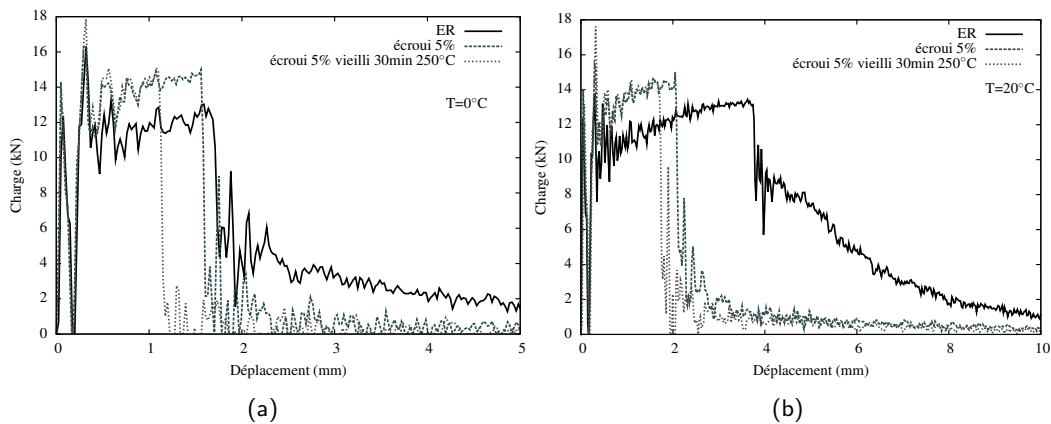


FIG. 5.11 – Courbes charge-déplacement pour les 3 états matériau. (a) à 0°C . (b) à 20°C .

## 5.4 Étude à une température de dispersion à -20°C

En vue de l'application du modèle de prévision de rupture par clivage, l'identification des paramètres de ce dernier est d'autant plus facile qu'on dispose d'un grand nombre d'essais. C'est pourquoi on choisit, au sein de notre campagne d'essais, une température à laquelle un grand nombre d'essais est effectué. Cette température permet de juger et quantifier la dispersion expérimentale existante au sein de notre matériau pour encadrer au mieux la dispersion de ces courbes de transition et afin d'aborder la modélisation numérique dans le chapitre suivant.

Dans cette partie, nous étudierons plus en détail les résultats obtenus à une température de dispersion de -20°C . Environ vingt essais ont été réalisés pour chacune des trois conditions du matériau, état de réception, écroui et écroui-vieilli. Le choix de cette température permet de se placer dans la partie basse de la transition. Nous rappelons que par la suite, l'objectif est de simuler et de prédire l'influence du vieillissement statique sur la rupture fragile. La température de -20°C permet de garder assez de dispersion comparé aux très faibles températures tout en minimisant la déchirure ductile.

Les énergies absorbées sont tracées à la même température de dispersion, -20°C , pour les trois états du matériau sur la figure 5.12. L'amplitude d'énergie pour l'état de réception est de 25 Joules. Pour l'état écroui, cette amplitude de dispersion en énergie se réduit à 9 Joules pour finir à seulement 5 Joules pour la condition écrouie et vieilli. Le vieillissement statique abaisse de plus de 3 Joules la valeur moyenne de l'énergie absorbée à la température de dispersion comparée à l'état écroui. Cette étude permet clairement et distinctement de mettre en avant les effets à la fois liés à l'écrouissage mais également liés au vieillissement statique. Ceci contraste avec les conclusions de la partie précédente 5.3 qui sont plutôt mitigées et tempérées quant à l'influence du vieillissement sur le décalage de la transition en terme de courbes de transition lissées.

Le calcul et le tracé de la densité de probabilité sur la figure 5.13 permet de confirmer les tendances observées. La dispersion est beaucoup moins étendue pour l'état écroui-vieilli que pour l'état de réception. Cette dispersion plus faible pour l'état écroui-vieilli se justifie par le décalage de la transition vers les plus hautes températures et donc par des résultats

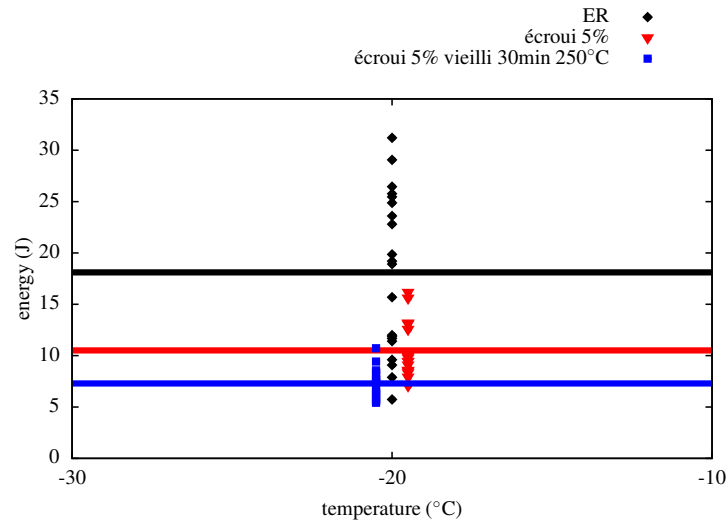


FIG. 5.12 – Valeurs des énergies absorbées à la température de dispersion  $-20^{\circ}\text{C}$  pour les 3 conditions et leur moyenne associée.

plus fragiles pour la même température comparée à l'état de réception. Les courbes de transition en résilience mais également l'étude des résultats à la température dispersion permettent nettement de mettre en avant l'influence du vieillissement sur la transition. Celle-ci se trouve décalée vers les hautes températures et joue donc un rôle néfaste dans les valeurs à rupture du matériau.

Tous les résultats expérimentaux pour la température de dispersion sont détaillés dans l'annexe G, partie G.2.

	$\bar{E}$ (J)	$\sigma$ (J)
1 – ER	18.107	7.801
2 – écroui	10.507	2.573
3 – écroui+vieilli	7.291	1.433

TAB. 5.2 – Évolution de la valeur moyenne des énergies,  $\bar{E}$ , et de l'écart type,  $\sigma$ , pour les 3 états matériau.

## 5.5 Observations fractographiques

L'objectif de cette partie est d'expliquer certains résultats d'essais de résilience anormalement faibles en terme d'énergie de rupture. Un complément d'examen fractographique peut expliquer l'origine de ces valeurs anormalement basses. Les éprouvettes qui ont été observées sont les éprouvettes dénommées 1721 – 9A et 1721 – 9B repérées sur la figure 5.14. Ces éprouvettes correspondent respectivement à une température d'essai de  $20^{\circ}\text{C}$  et  $80^{\circ}\text{C}$  pour l'état de réception, les énergies absorbées équivalentes et leur taux de « cristallinité » sont donnés dans le Tableau 5.3.

### 5.5.1 Aspect macroscopique

L'éprouvette 1721 – 9A est clivée sur la quasi totalité de sa surface, figure 5.15(a). L'éprouvette 1721 – 9B est presque entièrement clivée, figure 5.15(b). Une zone ductile



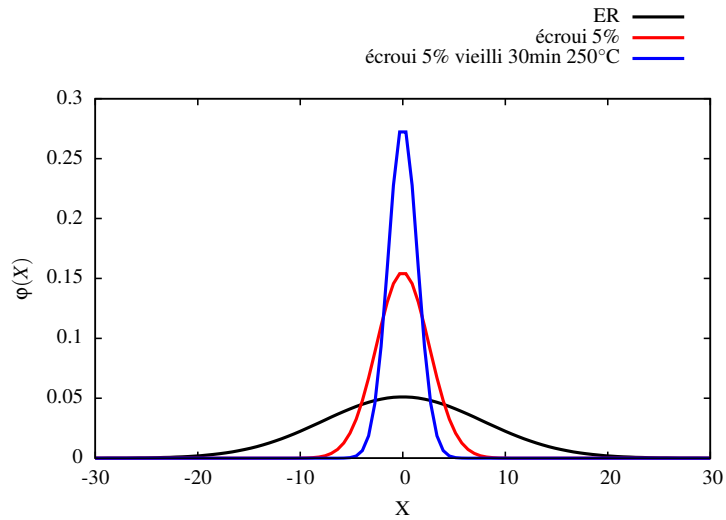


FIG. 5.13 – Densité des probabilités,  $\varphi(X)$ , des énergies à rupture pour la température de dispersion (3 conditions) suivant une loi normale centrée réduite.

	Température d'essai ( $^{\circ}\text{C}$ )	Énergie absorbée (J)	Taux de « cristallinité » (%)	Taux de « cristallinité » (%) moyen éprouvette « normale »
1721-9A	20	13.44	79	28
1721-9B	80	30.39	40	4

TAB. 5.3 – Éprouvettes observées et grandeurs expérimentales.

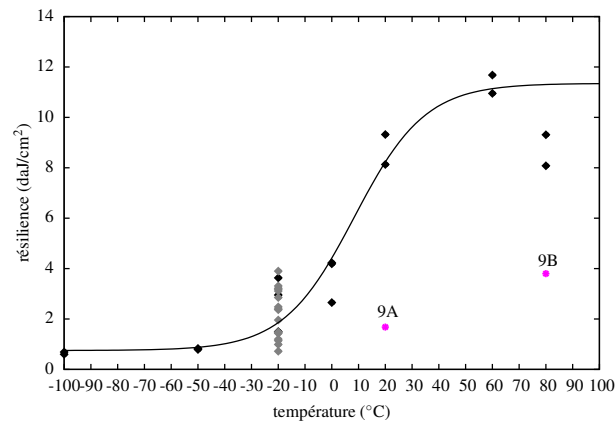


FIG. 5.14 – Courbe de transition de résilience à l’état ER montrant les éprouvettes « suspectes », 1721 – 9A et 1721 – 9B.

est visible entre le fond d'entaille et la zone d'amorce. L'aspect général est modérément texturé.

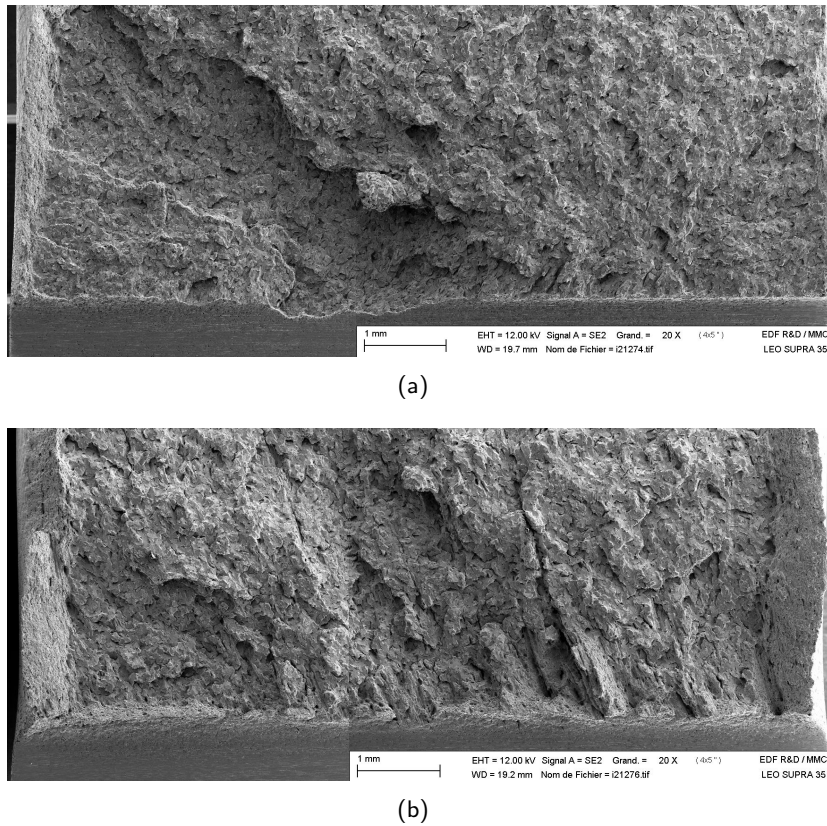


FIG. 5.15 – Faciès de rupture des éprouvettes de résilience. (a) éprouvette 1721-9A (b) éprouvette 1721-9B.

### 5.5.2 Aspect microscopique

La figure 5.16 montre la totalité du faciès clivé pour l'éprouvette 1721 – 9A. Il n'y a ni zone ductile ni trace de texture. Il n'y a pas de remarques particulières au point d'amorce.

Le faciès sur la figure 5.17 est majoritairement clivé après une zone ductile d'épaisseur variable située le long de l'entaille mécanique. L'amorçage se fait à partir de plusieurs points au-dessus de cette zone ductile à l'aspect très texturé.

L'examen fractographique des faciès de rupture des deux éprouvettes, 9A et 9B, ne présente pas de défauts métallurgiques visibles qui pourraient expliquer clairement la différence de comportement mécanique entraînant ces énergies anormalement faibles.

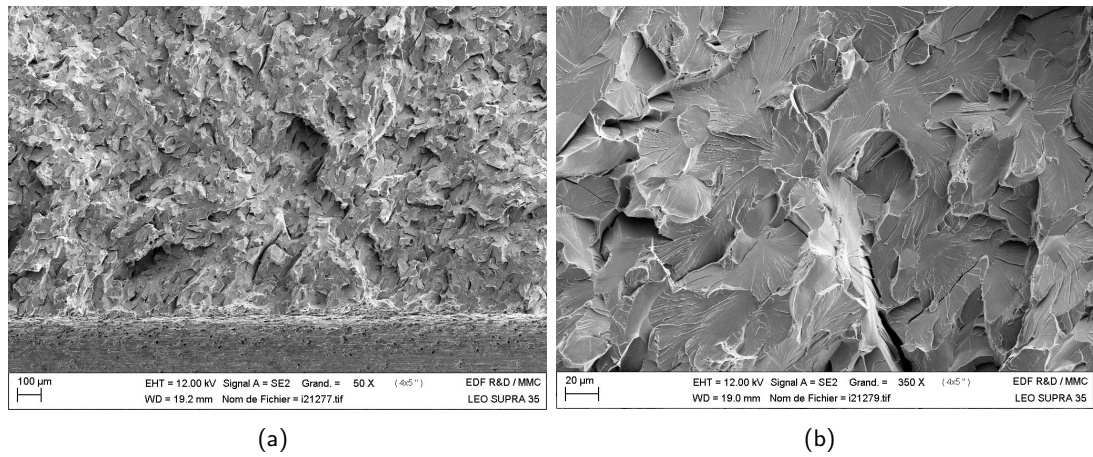


FIG. 5.16 – Détails microscopiques de l'éprouvette 1721–9A. (a) zone d'amorçage, rupture en clivage (b) détail de la zone d'amorce.

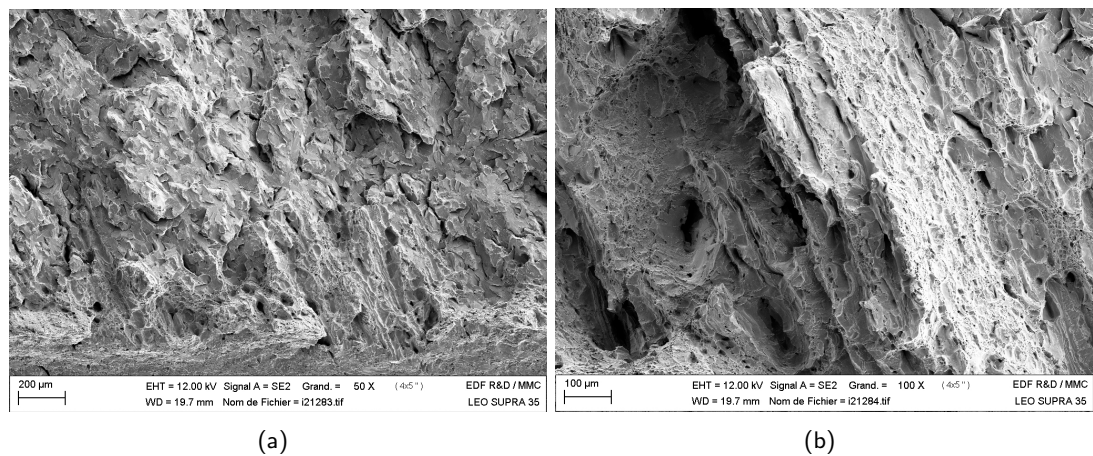


FIG. 5.17 – Détails microscopiques de l'éprouvette 1721 – 9B. (a) vue d'une des zones d'amorce au dessus d'une bande ductile (b) détail de la zone ductile.

## 5.6 Conclusion

---

À travers les courbes de transition en résilience, de « cristallinité » mais également de l'étude de la température de dispersion, l'influence du vieillissement statique sur la transition ductile–fragile est clairement mise en évidence. Ce vieillissement décale la température de transition vers des températures plus élevées ce qui a pour conséquence de jouer un rôle pénalisant pour le dimensionnement et la tenue des structures industrielles.

Cette partie expérimentale a permis de répondre à la problématique du sujet qui porte sur l'influence du vieillissement statique sur la transition ductile–fragile et donc sur la rupture du matériau. Ces essais expérimentaux renseignent sur le comportement à rupture de notre matériau. Les courbes de transition réalisées ne montrent pas un décalage de la transition aussi net que dans [Houssin et al., 1980]. On connaît la difficulté que présentent les essais Charpy, au vu de la forte dispersion expérimentale. Toutefois, les tendances sont identiques et vont clairement dans le même sens concernant la fragilisation et le décalage vers les hautes températures de la transition ductile-fragile pour un matériau en présence de vieillissement statique.

Une fois le comportement mécanique identifié, le dernier objectif est de l'utiliser pour modéliser les essais Charpy et pouvoir ainsi prédire numériquement le décalage de la transition.



# 6

## Modélisation et prévision de la rupture fragile et courbe de transition

*La simulation de l'essai Charpy dans le domaine de la transition ductile-fragile et plus particulièrement dans sa partie basse est abordée dans cette partie. Les données expérimentales issues du chapitre 5 servent de comparaison et de références pour la modélisation de la rupture fragile. Le modèle de comportement établi au chapitre 4 est utilisé. Les résultats numériques issus de la modélisation sont comparés aux données expérimentales. L'application du modèle de Beremin à partir des champs mécaniques locaux, nous permet de simuler la courbe de résilience. À partir de ces résultats, les courbes de transition basse en résilience sont prédites pour tous les états du matériau.*

### 6.1 Simulation numérique de l'essai Charpy

---

#### 6.1.1 Présentation des maillages utilisés

Les éléments finis utilisés sont principalement des éléments quadratiques à intégration réduite. Cependant des éléments linéaires sont adoptés dans les zones de contact entre les appuis, le marteau et l'éprouvette. Pour les calculs en 2D, en déformations planes ou contraintes planes, on utilise des éléments quadrangles à 8 (c2d8r) et 4 (c2d4) noeuds. Pour les calculs 3D, on utilise des éléments cubes à 20 (c3d20r) et 8 (c3d8r) noeuds. Les différents maillages 2D sont montrés sur la figure 6.1. Dans un premier temps trois maillages ont été testés avec une taille de maille différente en fond d'entaille. L'objectif est de valider le meilleur compromis entre taille de maille et temps de calcul pour une solution convergée. Une étude de convergence est menée pour valider un type de maillage pour la suite de l'étude. Les maillage 6.1(a), 6.1(b) et 6.1(c) présentent respectivement une taille de maille en fond d'entaille de 120  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  et 30  $\mu\text{m}$ . La zone en fond d'entaille est maillée avec des éléments quadrangles de taille identique. Seule une moitié d'éprouvette a été modélisée par symétrie de l'éprouvette et du chargement.

À partir des maillages 2D, les maillages 3D sont construits. On retrouve les mêmes types de maillage avec des tailles de maille en fond d'entaille identiques. Par symétrie de l'éprouvette et du chargement, on maille un quart de l'éprouvette. On utilise 5 éléments dans la demie épaisseur de l'éprouvette. La figure 6.2 montre le maillage en 3D d'un quart d'éprouvette Charpy pour une taille de maille en fond d'entaille égale à 60  $\mu\text{m}$ .

#### 6.1.2 Conditions aux limites

Tous les calculs sont réalisés en déplacement imposé sur le marteau. On suppose un frottement avec glissement entre le marteau et l'éprouvette mais également entre l'appui et l'éprouvette. Ce coefficient de frottement est pris égal à 0.1 car c'est une valeur classique

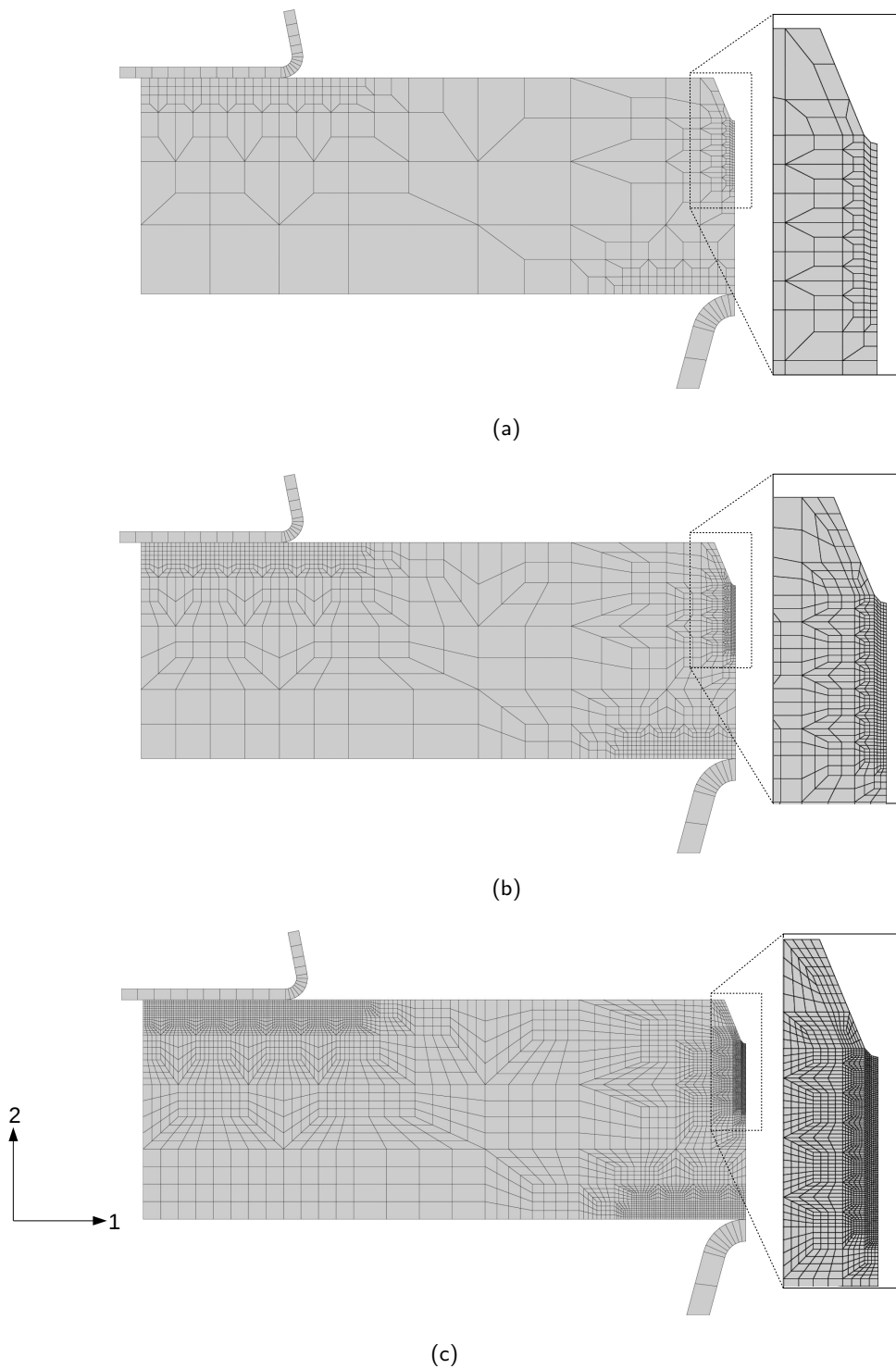


FIG. 6.1 – Maillages 2D des éprouvettes KCV de l'essai de résilience pour différentes tailles de maille en fond d'entaille. 120  $\mu\text{m}$  (a). 60  $\mu\text{m}$  (b). 30  $\mu\text{m}$  (c).

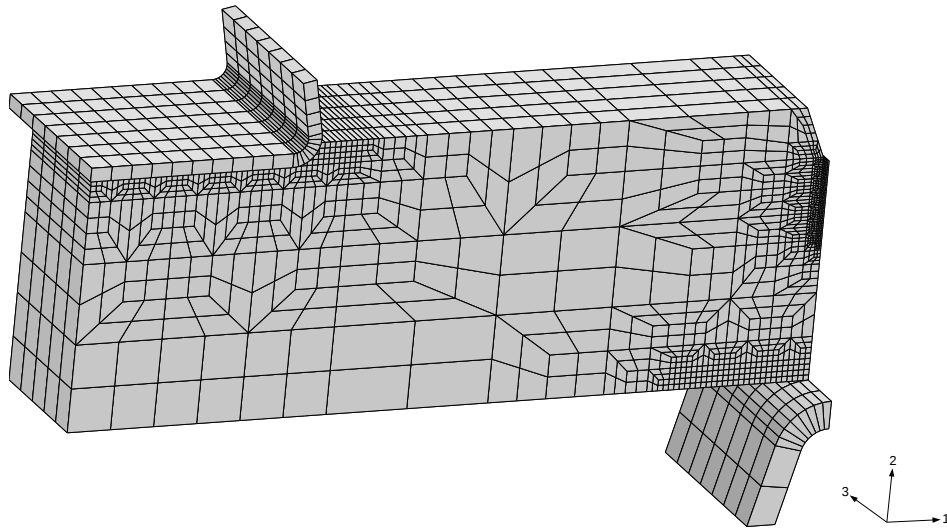


FIG. 6.2 – Maillage 3D des éprouvettes KCV de l'essai de résilience : taille de maille de  $60\ \mu\text{m}$  dans l'entaille.

utilisée pour un frottement acier-acier. Un coefficient de frottement plus élevé retarde l'amorçage de la fissure ductile, élève le niveau des contraintes, modifie la courbe globale uniquement après amorçage de la déchirure ductile. Ainsi, la valeur exacte du coefficient de frottement devient importante lorsque les niveaux d'énergie augmentent, ce qui dans notre cas n'est pas pertinent étant donné la focalisation sur la transition basse de résilience et de ce fait les énergies relativement faibles. Le marteau et l'appui sont considérés comme élastiques avec un module d'élasticité égal à  $800\,000\ \text{MPa}$ . Une vitesse constante du marteau est imposée conformément aux conditions expérimentales,  $V_0 = 5\ \text{ms}^{-1}$ . La modélisation du contact prend en compte les appuis « réels », on ne peut pas considérer des appuis ponctuels étant donné la flexion importante de l'éprouvette et les matages observés au niveau des appuis. On peut montrer, [Berdin and Prioul, 2007], que le fait de considérer les appuis et le marteau comme des surfaces rigides ou élastiques peu déformables, ne modifie pas les résultats.

### 6.1.3 Étude de convergence

Il faut chercher un bon compromis entre temps de calcul (lié à la taille de maille) et description des champs locaux. L'éprouvette de résilience Charpy présente en fond d'entaille des gradients mécaniques importants. Il est donc nécessaire d'opter pour une taille de maille la plus fine possible pour une bonne description des champs locaux dans cette zone mais sans augmenter de façon drastique le temps de calcul. La taille de maille initiale en fond d'entaille est choisie de l'ordre de la dizaine de microns et on étudie son influence sur la valeur de la grandeur locale de la contrainte principale,  $\sigma_1$ . L'observation est faite sur une longueur de  $1\ \text{mm}$  le long du ligament en fond d'entaille comme reporté sur la figure 6.3. Cette étude est réalisée pour un déplacement du marteau de  $0.25\ \text{mm}$  à une température de  $-100^\circ\text{C}$ . Le comportement pour cette étude de convergence est sans la prise en compte du vieillissement ce qui permet d'avoir un comportement simplifié et de s'affranchir ainsi de certains effets liés au vieillissement. Cette température et ce déplacement correspondent à la rupture des éprouvettes de résilience dans le domaine fragile. L'analyse est réalisée en 2D en déformations planes et en 3D. L'influence du type de calcul sur la courbe globale est



reportée sur la figure 6.4.

On remarque que le niveau de charge pour la modélisation 3D se place à mi-distance entre les simulations CP et DP. Cependant au vu du modèle de Beremin, il est important de regarder aussi l'influence du type de calcul sur les valeurs maximales de contrainte et zones plastiques. De ce point de vue là, la simulation 3D est très proche des déformations planes (DP) comme on le voit sur les figures 6.5 et 6.6.

L'évolution de la grandeur locale est reportée sur la figure 6.5 pour le calcul en 2D en déformations planes. On a une stabilisation des résultats pour une taille de maille de  $60 \times 60 \mu m^2$ . La taille de maille de  $60 \times 60 \mu m^2$  semble donner une solution convergée. Cette taille de maille de  $60 \mu m$  sera donc utilisée dans la suite.

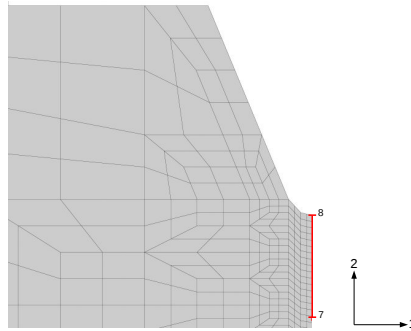


FIG. 6.3 – Zone d'observation du champ de contrainte en fond d'entaille.

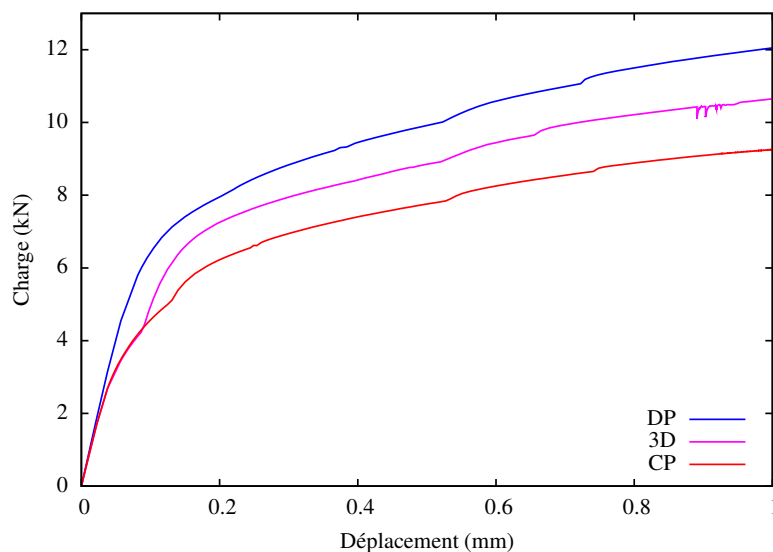


FIG. 6.4 – Courbes globales simulées charge-déplacement – influence de l'hypothèse de calcul, déformations planes (DP), contraintes planes (CP) et 3D.

#### 6.1.4 Formulations et types d'éléments

Une formulation en grandes déformations en lagrangien réactualisé a été utilisée pour tous les éléments dans le maillage. Le corps principal de l'éprouvette utilise des éléments quadratiques particuliers qui régularisent la pression interne. Une formulation mixte est

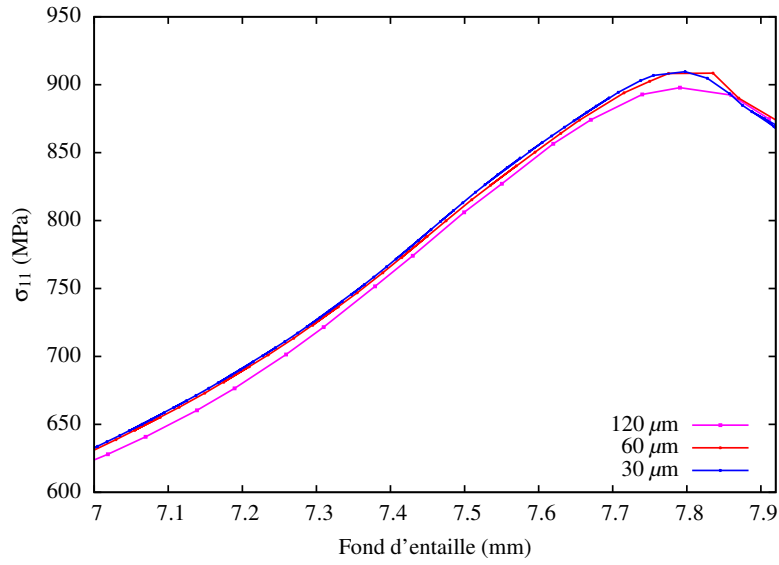


FIG. 6.5 – Observation du champ de contrainte  $\sigma_{11}$  en fond d'entaille le long du ligament entre 7 et 8 mm pour les 3 tailles de maille en 2D DP pour un même déplacement du marteau de 0.25 mm.

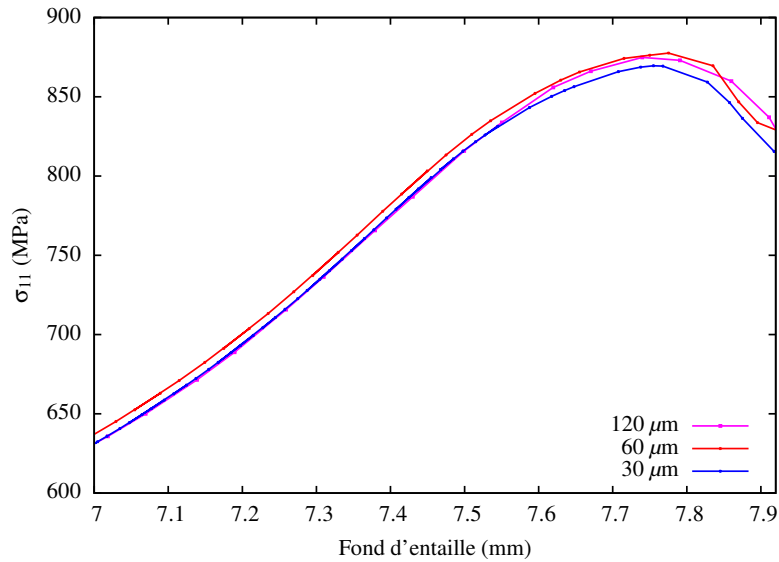


FIG. 6.6 – Observation du champ de contrainte  $\sigma_{11}$  en fond d'entaille le long du ligament entre 7 et 8 mm pour les 3 tailles de maille en 3D pour un même déplacement du marteau de 0.25 mm.

utilisée issue de [Bellet, 1999, Taylor, 2000]. Le déplacement et la pression sont utilisés en quantités nodales tandis que les effets de volume et les modes améliorés appartiennent à des éléments individuels. La technique consiste à employer une pression moyenne sur les noeuds. Les zones en contact entre l'éprouvette et les appareils (marteau et appui) sont des éléments également régularisés en pression mais linéaires à intégration sélective (select int). La figure 6.7 détaille tous les types d'éléments décomposés sur l'ensemble des éléments mis en jeu dans la simulation de l'essai Charpy. La compatibilité entre les différents types d'éléments au sein du maillage est réalisée à travers des conditions « mpc » (multi-point constraint) qui permettent de garantir des relations entre les différents degrés de liberté dans le problème.

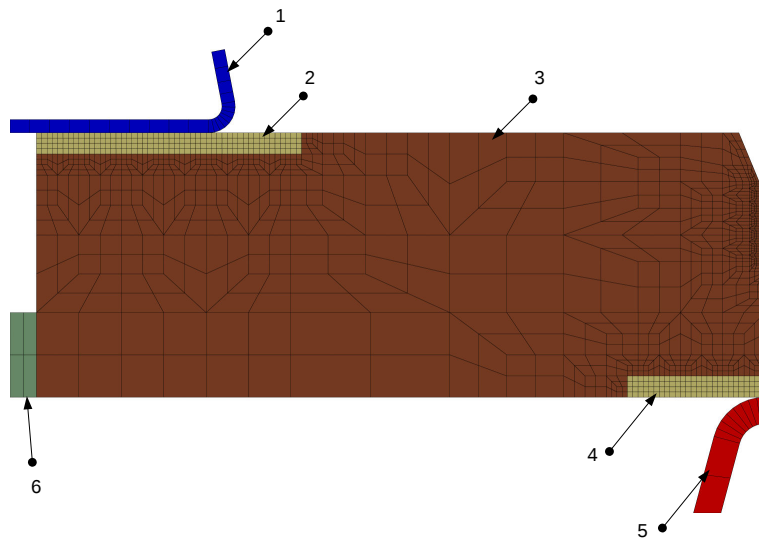


FIG. 6.7 – Différents groupes d'éléments et types d'éléments associés pour la taille de maille (b) de  $60 \mu\text{m}$ .

La configuration du maillage utilisé, selon la dénomination Zébulon, est détaillée suivant :

1. plane strain, linéaire
2. plane strain select int, linéaire
3. p2p1p1 plane strain td rate, quadratique (voir figure 6.8)
4. plane strain select int, linéaire
5. plane strain, linéaire
6. plane strain, quadratique

## 6.2 Application du modèle de rupture fragile

### 6.2.1 Rappels sur le modèle de Beremin

La rupture fragile se produit généralement par clivage pour les matériaux cristallins. La probabilité de rupture fragile  $P_r$  d'une structure chargée a été décrite par le modèle de

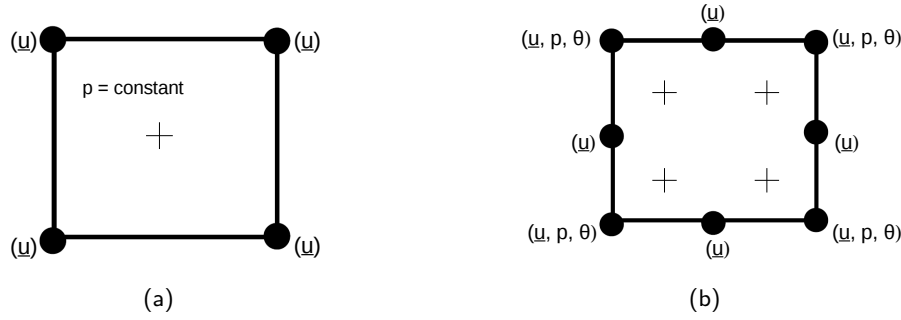


FIG. 6.8 – Types d'éléments finis particuliers utilisés pour les différents groupes d'éléments avec :  $\underline{u}$  déplacements nodaux,  $p$  pression et  $\theta$  variation de volume. (a) select int . (b) p2p1p1.

Beremin [Beremin, 1983]. Ce modèle, décrit dans [Francois, 1996], repose sur les hypothèses de la théorie du maillon le plus faible : la présence d'un seul point faible entraîne la rupture de la structure. La probabilité de rupture de la structure soumise à un chargement dépendant du temps est alors la probabilité de trouver, au moins, un point faible. Le modèle est écrit en supposant que la distribution spatiale des points faibles suit une loi de Poisson. On fait de plus l'hypothèse que la résistance des points faibles est à comparer à la contrainte principale maximale. Les points faibles sont assimilés à des micro-fissures qui, dans le cas du clivage des métaux, proviennent des mécanismes de plasticité à froid. La probabilité cumulée de rupture par clivage au temps  $t$  s'écrit :

$$P_r(t) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_w(t)}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad (6.1)$$

où  $m$  est le module de *Weibull*,  $\sigma_u$  la contrainte de normalisation et  $\sigma_w$  est appelée contrainte de *Weibull*. Dans le cas d'un chargement monotone, elle s'écrit :

$$\sigma_w(t) = \sqrt[m]{\int_{V_p} \max_{0 \leq \tau \leq t} (\sigma_I^\tau)^m \frac{dV}{V_0}} \quad (6.2)$$

Le volume élémentaire  $V_0$  est le volume qui comporte, en moyenne, un point faible de résistance. On le choisit égal à quelques grains pour la rupture par clivage des aciers.

La sommation porte sur les volumes de matière  $V_p$  plastifiés à basse température,  $\sigma_I$  désignant la contrainte principale maximale au temps  $\tau$  dans chacun des volumes (figure 6.9). Les paramètres du modèle de Beremin sont identifiés à partir des essais et des simulations Charpy, ces paramètres sont ensuite utilisés pour la prévision de la courbe de transition basse de résilience pour toutes les températures dans la transition basse et les trois conditions du matériau.

La probabilité de rupture d'une structure est obtenue à partir des champs mécaniques régnant dans la structure. Ceux-ci sont souvent calculés par la méthode des éléments finis. On utilise alors directement ces résultats en réalisant un post-traitement.

Si on calcule les champs mécaniques sur une structure tronquée par des considérations de symétrie comme dans notre cas, on modifie simplement le volume sur lequel est calculée la probabilité de rupture dans l'équation 6.1 et devient :

$$P_r(t) = 1 - \exp \left[ -K_{sym} \left( \frac{\sigma_w(t)}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad (6.3)$$

avec  $K_{sym}$  coefficient de symétrie. On donne  $K_{sym} = 4$  pour un quart de structure modélisée en 3D et, pour une demi-structure modélisée en 2D (CP ou DP),  $K_{sym} = 2B$  où  $B$  est l'épaisseur de la structure donc  $K_{sym} = 20$ .

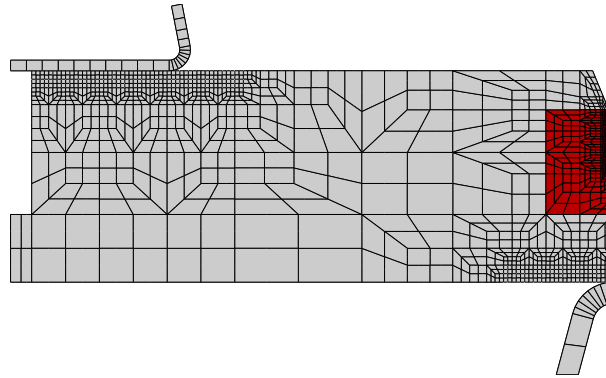


FIG. 6.9 – En rouge : zone prise en considération pour l'application du modèle de Beremin pour la taille de maille (b) de  $60 \mu\text{m}$ .

### 6.2.2 Démarche globale

[Rossoll, 1998] a montré dans le domaine des basses températures que les calculs 2D quasi-statiques sont suffisants. Les calculs 3D sont nécessaires pour les températures plus élevées. Les effets d'inertie et d'échauffement adiabatique ont très peu d'influence sur la contrainte de *Weibull* pour un comportement sans la présence d'instabilités de Lüders.

La démarche globale qui sera adoptée pour la modélisation de la rupture fragile est la suivante :

1. Dans l'étude de convergence, une température arbitraire de référence a été choisie à  $-100^\circ\text{C}$  pour effectuer des simulations en 3D et 2D déformations planes. Ces simulations ont validé l'hypothèse de calcul des déformations planes en 2D et le choix de la taille de maille. Le critère de convergence observé est l'évolution de la contrainte  $\sigma_I$  en fond d'entaille.
2. Nous avons vu que le modèle probabiliste utilisable pour décrire ce phénomène est le modèle de *Weibull*, qui comporte 2 paramètres indépendants,  $m$  et  $\sigma_u^m V_0$ . Ces paramètres sont identifiés à la température de  $-20^\circ\text{C}$  pour la condition à l'état de réception (ER) à l'aide d'une simulation de l'essai Charpy.
3. Des simulations de l'essai Charpy à toutes les températures expérimentales décrites dans le chapitre 5 seront lancées. Le modèle utilisé est la version non-régularisée. Ces simulations seront également faites pour les trois conditions du matériau (ER, écroui, écroui-vieilli).

L'objectif de ces simulations est de prévoir et d'observer l'influence du comportement sur les champs locaux et donc sur la rupture par clivage. C'est pourquoi différents comportements seront analysés. On répertorie trois conditions du matériau avec chacun leur propre comportement :

- (a) état de réception,
  - (b) écroui à 5% de déformation,
  - (c) écroui à 5% de déformation et vieilli 30 min à 250°C.
4. Le modèle de Beremin est appliqué en post-processing à ces simulations de l'essai Charpy qui permet de calculer in fine l'énergie de rupture pour prévoir la partie basse des courbes de transition.

La difficulté de ces simulations réside dans la haute vitesse de déformation en fond d'entaille estimée entre  $10^3$  et  $10^4 \text{ s}^{-1}$  et la vitesse de déplacement du marteau qui est de l'ordre de 5 m/s. Cette vitesse élevée engendre des effets dynamiques et des élévations de température. Cependant, à la température de -20°C, on considère qu'on peut négliger l'échauffement adiabatique. Quant aux effets dynamiques, [Rossoll, 1998] montre que ces effets dynamiques peuvent être dans un premier temps négligés dans les simulations.

### 6.2.3 Identification du modèle de Beremin

L'application du modèle de Beremin passe par la détermination des deux paramètres  $m$  et  $\sigma_u$ . Les valeurs de ces paramètres sont d'autant mieux estimées qu'on dispose d'un grand nombre d'essais expérimentaux. Il s'agit de déterminer des valeurs de  $m$  et  $\sigma_u$  avec un intervalle de confiance le plus réduit possible. La méthode utilisée et décrite ici est celle utilisée de façon classique par [Tanguy, 2001]. Un nombre  $N$  d'éprouvettes est testé dans une gamme de température telle que le mécanisme de rupture soit le clivage intragranulaire. Ces  $N$  essais sont classés en utilisant une « variable caractéristique de l'essai » (énergie absorbée) mais croissante ou décroissante avec le temps. On attribue alors à chaque essai, une probabilité de rupture expérimentale à l'aide d'un estimateur de probabilité. Comme dans le Tableau 6.1, les essais à la température choisie sont classés par ordre croissant selon l'énergie absorbée à la rupture. L'estimateur de probabilité de rupture associée est calculé pour chaque essai et la contrainte de *Weibull* est également calculée et attachée au numéro de l'essai.

Repère éprouvette	$\sigma_{weibull}$ (MPa)	Énergie absorbée (J)	Probabilité rupture ( $P_r$ )
1	$\sigma_{w1}$	$E_1$	$P_{r1}$
2	$\sigma_{w2}$	$E_2$	$P_{r2}$
...	...	...	...
$i$	$\sigma_{wi}$	$E_i$	$P_{ri}$

TAB. 6.1 – Classification des essais en fonction des énergies de rupture pour la température de dispersion.

Il existe plusieurs estimateurs de probabilité. On trouve notamment l'estimateur exprimé dans l'équation 6.4 [Xia and Shih, 1996] avec  $i$  le numéro de l'essai et  $N$  le nombre total d'essais. On dénombre également d'autres estimateurs comme dans l'équation 6.5 où  $c$  et  $d$  peuvent prendre respectivement des valeurs différentes, 0.3 et 0.4 ou 0.49 et 0.32 d'après [Wu et al., 2006].

$$P_r(\text{exp}) = \frac{i}{N + 1} \quad (6.4)$$

$$P_r(\text{exp}) = \frac{i - c}{N + d} \quad (6.5)$$

La méthode la plus classique usitée pour estimer  $m$  et  $\sigma_u$  est la régression linéaire ou le maximum de vraisemblance. La méthode de la régression linéaire est adoptée en prenant le logarithme de l'expression 6.1, on obtient la relation linéaire suivante :

$$\ln \ln \frac{1}{1 - p_r(exp)} = m \ln \sigma_w - m \ln \sigma_u \quad (6.6)$$

à partir de laquelle on estime la pente  $m$  et la valeur de  $\sigma_u$ . On utilise pour cela une procédure itérative, car  $\sigma_w$  dépend de  $m$ . Lorsqu'à l'itération  $n + 1$ ,  $m_{n+1}$  est égal  $m_n$ , la valeur de  $m$  est conservée et on en déduit la valeur de  $\sigma_u$ . La méthode adoptée ici est résumée sur la figure 6.10. Cette méthode est la méthode de la régression linéaire qui utilise un estimateur de probabilité. L'estimateur de probabilité utilisé et retenu est celui de l'équation 6.4. L'optimisation se fait directement sur le couple  $(m, \sigma_u)$ . Le Tableau 6.2 recense tous les essais pour la température de dispersion, température à laquelle l'identification est faite, les énergies à rupture relevées sont triées par ordre croissant et les probabilités à rupture sont calculées pour chaque essai.

Repère éprouvette	$i$	$\sigma_{weibull}$ (MPa)	Énergie absorbée (J)	Probabilité rupture exp ( $P_r$ )
7C	1	$\sigma_{w1}$	5.74	0.0476
12B	2	$\sigma_{w2}$	7.89	0.0952
9C	3	$\sigma_{w3}$	9.08	0.143
8C	4	$\sigma_{w4}$	9.60	0.190
11A	5	$\sigma_{w5}$	11.41	0.238
11C	6	$\sigma_{w6}$	11.67	0.285
12C	7	$\sigma_{w7}$	11.87	0.333
3B	8	$\sigma_{w8}$	12.00	0.381
12A	9	$\sigma_{w9}$	15.69	0.428
6C	10	$\sigma_{w10}$	18.92	0.476
1C	11	$\sigma_{w11}$	19.20	0.524
11B	12	$\sigma_{w12}$	19.86	0.571
5C	13	$\sigma_{w13}$	22.80	0.619
3A	14	$\sigma_{w14}$	23.60	0.666
10C	15	$\sigma_{w15}$	24.87	0.714
10B	16	$\sigma_{w16}$	25.46	0.762
10A	17	$\sigma_{w17}$	25.76	0.809
2C	18	$\sigma_{w18}$	26.45	0.857
8A	19	$\sigma_{w19}$	29.06	0.904
3C	20	$\sigma_{w20}$	31.21	0.952

TAB. 6.2 – Énergies expérimentales croissantes et probabilité de rupture cumulée associée.

La détermination de la contrainte de Weibull,  $\sigma_w$  et de la probabilité de rupture,  $P_r$  se fait via la connaissance des champs mécaniques locaux lors du chargement de la structure. On simule l'essai de résilience avec le comportement identifié dans le Chapitre 3 à l'état de réception. Le déplacement imposé au marteau est pris au-delà de la plus grande valeur expérimentale pour le déplacement à rupture de manière à être certains de couvrir avec cette seule simulation les vingt essais expérimentaux à la température de  $-20^\circ\text{C}$ .

Un premier jeu de paramètres ( $m$  et  $\sigma_u$ ) est arbitrairement pris,  $m=22$  et  $\sigma_u=1500$  MPa. On trace à partir de l'équation 6.6, l'évolution de la probabilité de rupture expérimentale

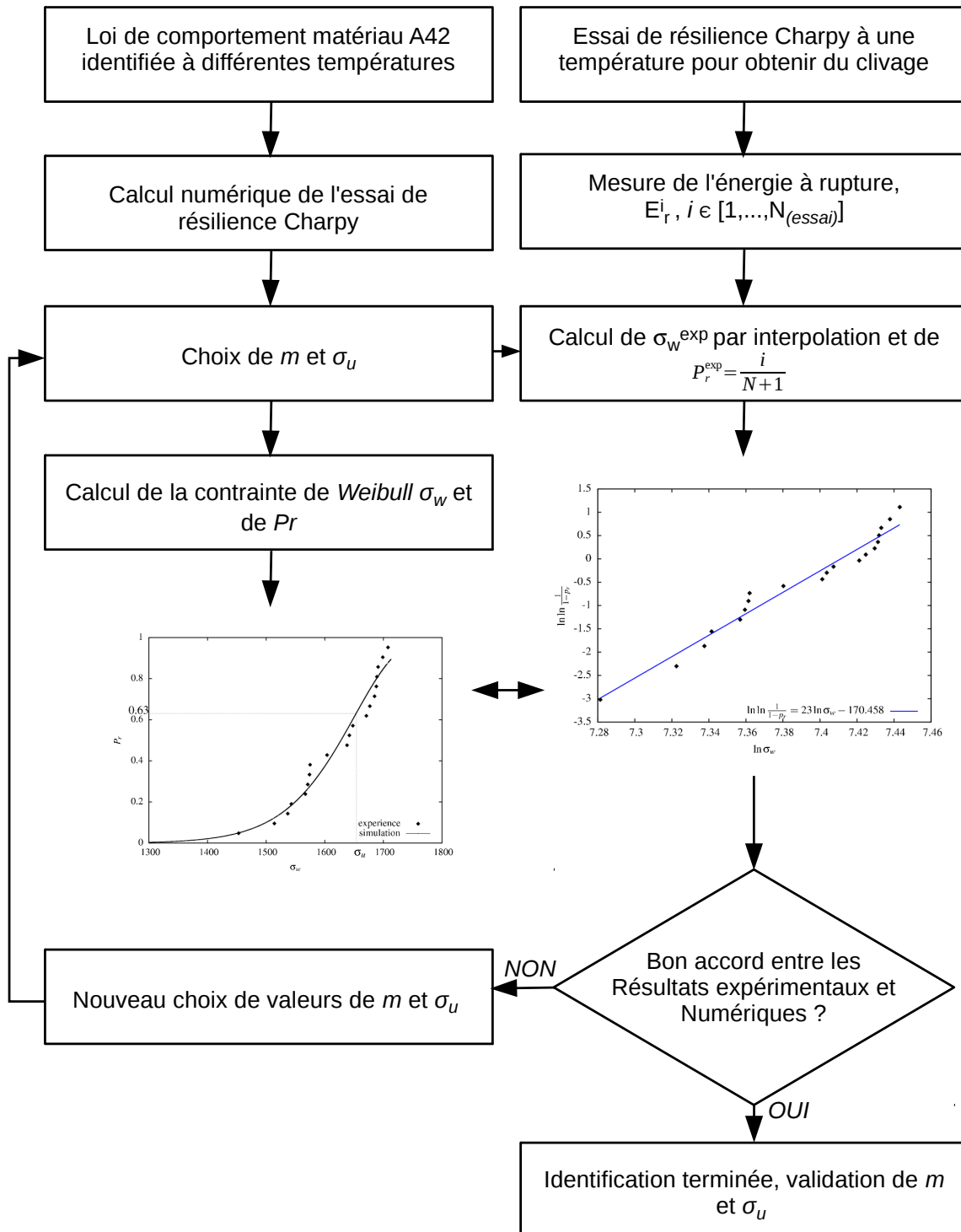


FIG. 6.10 – Schéma de principe de la démarche d'identification des paramètres de Beremin selon [Tanguy, 2001].



en fonction de l'évolution de la contrainte de *Weibull* expérimentale. Par une régression linéaire, on calcule le coefficient  $m$  et  $\sigma_u$  issu de cette identification en les comparant aux valeurs initiales. Une vérification est faite sur la corrélation des résultats expérimentaux avec les résultats numériques issus de l'identification en traçant l'évolution de la probabilité de rupture numérique et de la contrainte de *Weibull* calculée.

Le processus itératif permet après cinq boucles de converger vers un jeu de paramètres final où  $m$  est égal à 23 et  $\sigma_u$  est égal à 1654 MPa. La figure 6.11 montre l'évolution logarithmique de la contrainte de *Weibull* en fonction de la probabilité de rupture, par une régression linéaire des points, le paramètre  $m$  est directement identifié et  $\sigma_u$  est déduit.

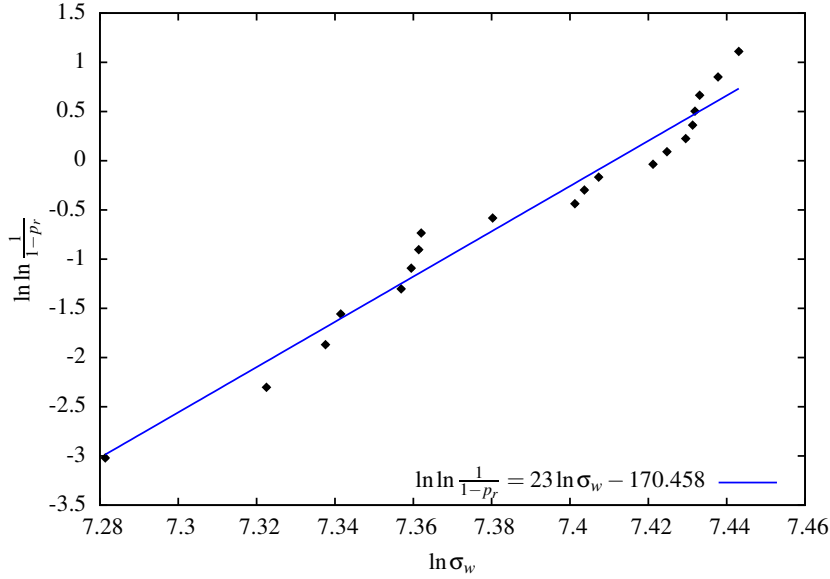


FIG. 6.11 – Identification des paramètres  $m$  et  $\sigma_u$  à partir de l'évolution de la probabilité de rupture et de la contrainte de *Weibull* pour la dernière itération.

$$-m \ln \sigma_u = -170.458 \quad (6.7)$$

$$\sigma_u = \exp\left(\frac{170.458}{23}\right) \quad (6.8)$$

$\Rightarrow m = 23$  et  $\sigma_u = 1654$  MPa

Le tracé de l'évolution de la contrainte de *Weibull* en fonction de la probabilité à la rupture  $P_r$  permet de s'assurer de la bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et numériques, voir figure 6.12.

Le Tableau 6.3 collecte toutes les valeurs de la contrainte de *Weibull* calculées pour chaque essai.

### Synthèse de la démarche d'identification du modèle de Beremin :

1. Les énergies  $E_i$  sont issues directement des essais de résilience expérimentaux. Les probabilités de rupture expérimentales,  $P_{ri}$ , sont calculées à partir de l'estimateur de l'équation 6.4.

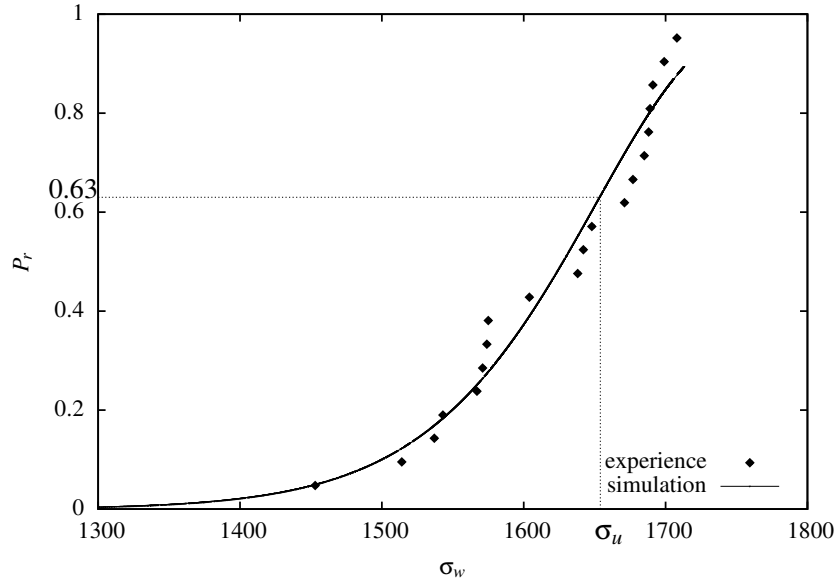


FIG. 6.12 – Évolution de  $P_r$  en fonction de  $\sigma_w$ , comparaison expérience–simulation pour la dernière itération.

2. Pour la contrainte de *Weibull*, une simulation de l'essai Charpy est nécessaire. Le post processing est appliqué pour un jeu de paramètres  $m$  et  $\sigma_u$  donné.
3. La simulation est dépouillée pour chaque valeur de  $E_i$ . Le calcul de l'énergie,  $E_i$ , est réalisé à partir de la courbe force–déplacement numérique par une intégration de l'aire sous cette courbe avec une méthode des trapèzes classique. La contrainte de *Weibull* équivalente est estimée par rapport au temps pour les valeurs des  $E_i$  correspondantes.
4. La fonction analytique  $P_r$  est tracée pour la comparer avec les points expérimentaux ainsi que la contrainte de *Weibull*.
5. Si une bonne corrélation entre la fonction analytique et les points expérimentaux est observée, les paramètres de Beremin sont conservés, sinon on change la valeur de ces paramètres à partir des résultats issus de la régression linéaire (figure 6.11) pour une nouvelle boucle à partir du point 2.

#### 6.2.4 Résultats courbe de transition basse pour le matériau ER

À partir des simulations par éléments finis de l'essai Charpy pour toutes les températures et du modèle de Beremin appliqué pour chacune de ces simulations, on regarde le calcul pour une probabilité de rupture calculée à 10%, 50% et 90% et l'énergie correspondante est calculée par intégration de l'aire à partir de la courbe charge–déplacement avec une méthode des trapèzes classique.

La comparaison entre les valeurs expérimentales de l'énergie et les probabilités de rupture à 10%, 50% et 90% obtenues par la simulation numérique sont reportées sur la figure 6.13. Les probabilités de rupture présentées sont obtenues à partir de calcul 2D DP en condition isotherme. [Rossoll, 1998] a montré que pour les basses températures où l'endommagement ductile est inexistant, un calcul 2D DP permettait de représenter un calcul 3D vis à vis de la rupture par clivage. La comparaison entre les isoprobabilités de rupture et les points expérimentaux est très bonne de  $-100^\circ\text{C}$  à  $20^\circ\text{C}$ . Le paramètre  $\sigma_u$  a été pris indépendant de

Repère éprouvette	$\sigma_{\text{weibull}}^{\text{exp}}$ (MPa)	Énergie absorbée exp (J)	Probabilité rupture exp ( $P_r$ )
7C	1453	5.74	0.0476
12B	1514	7.89	0.0952
9C	1537	9.08	0.143
8C	1543	9.60	0.190
11A	1567	11.41	0.238
11C	1571	11.67	0.285
12C	1574	11.87	0.333
3B	1575	12.00	0.381
12A	1604	15.69	0.428
6C	1638	18.92	0.476
1C	1642	19.20	0.524
11B	1648	19.86	0.571
5C	1671	22.80	0.619
3A	1677	23.60	0.666
10C	1685	24.87	0.714
10B	1688	25.46	0.762
10A	1689	25.76	0.809
2C	1691	26.45	0.857
8A	1699	29.06	0.904
3C	1708	31.21	0.952

TAB. 6.3 – Contrainte de *Weibull* identifiée en fonction de l'énergie.

la température. On sait qu'une meilleure description peut être envisagée en faisant dépendre  $\sigma_u$  de la température, voir [Tanguy, 2001], mais dans la partie basse de la transition une telle hypothèse donnent de bons résultats. Cependant, nous avons volontairement pris ce paramètre constant et indépendant de la température afin que la prédiction de la courbe de résilience à la fois pour l'état de réception mais également pour les autres états du matériau soit uniquement faite à partir du comportement du matériau développé et identifié. Ce choix met en avant la capacité du comportement à décrire et rendre compte des phénomènes observés.

Il n'est pas possible de prévoir les énergies à rupture vers les plus hautes températures dans la courbe de transition uniquement par un modèle de probabilité de rupture par clivage. Il faudrait alors utiliser un modèle d'endommagement ductile de type GTN [Gurson, 1977] ou encore Rousselier [Rousselier, 1987] pour prendre en compte l'avancée de la déchirure ductile qui n'est plus négligeable et omniprésente pour les températures supérieures. Nous rappelons que dans cette étude, l'objectif est de prendre en compte l'influence du vieillissement sur la prévision de la transition basse. L'étude est donc comparative entre les différents états du matériau.

### 6.3 Prévision pour les autres conditions du matériau

L'objectif est ensuite de prévoir numériquement la courbe 6.13 mais pour les deux autres états du matériau testés également expérimentalement, résultats présentés dans le chapitre 5. On suppose pour ces états que le pré-écrouissage ne modifie pas les mécanismes de rupture et que l'écrouissage reste totalement isotrope.

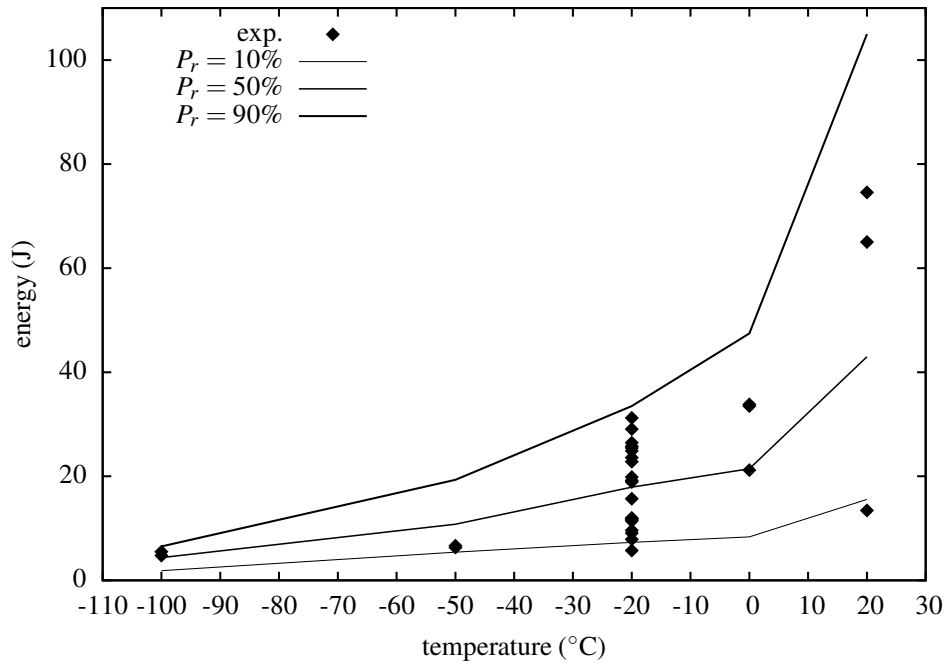


FIG. 6.13 – Prédiction de la courbe de résilience en énergie, à l'état de réception.

### 6.3.1 Comportement écroui et écroui-vieilli

Les deux autres états du matériau sont un premier état où ce dernier est écroui à un niveau équivalent à 5% de déformation et le second état est lui aussi écroui à 5% de déformation et en sus vieilli 30 minutes à 250°C. Le comportement est modifié afin de tenir compte des modifications liées à ces deux conditions.

#### Comportement écroui

Le comportement écroui jusqu'à 5% de déformation ne comporte plus de pic ni de palier de Lüders. Les effets sont donc annihilés en mettant le paramètre du vieillissement  $P_1$  à zéro dans le comportement du matériau. La figure 6.14 reporte les résultats du comportement simulé sur un seul point de Gauss. Le comportement à l'état de référence est tracé avec la courbe expérimentale et numérique. La densité initiale de dislocations,  $\rho_0$ , est modifiée de façon à correspondre au niveau d'écrouissage obtenu à 5% de déformation.

- Conditions initiales pour l'état écroui à 5% :
  - $\rho_0^{\text{écroui}} = \rho(5\%) = 1.3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$
  - $P_1 = 0$ , contribution au vieillissement annihilée.

#### Comportement écroui-vieilli

Cette dernière condition matériau reprend les mêmes conditions initiales précédentes en ce qui concerne la densité initiale de dislocations,  $\rho_0$ . La différence réside dans la prise en compte du vieillissement, qui est ici de nouveau présent à travers la condition initiale sur la variable interne,  $t_a$ . La valeur de cette variable interne est prise identique à celle pour l'état de réception car il a été vérifié que l'état de vieillissement du matériau à l'état de réception était sensiblement identique à celui obtenu après un vieillissement thermique imposé de

30 minutes à la température de 250°C. Le matériau se trouvant dans un état totalement saturé et stabilisé. De plus, l'intensité du pic de Lüders après la déformation ne semble pas être clairement modifiée.

– Conditions initiales pour l'état écroui à 5% + vieilli :

$$\begin{aligned} - \rho_0^{\text{écroui} + \text{vieilli}} &= \rho_0^{\text{écroui}} = 1.3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2} \\ - t_{a0}^{\text{écroui} + \text{vieilli}} &= t_{a0}^{\text{ER}} = 1.59 \times 10^4 \text{ s} \end{aligned}$$

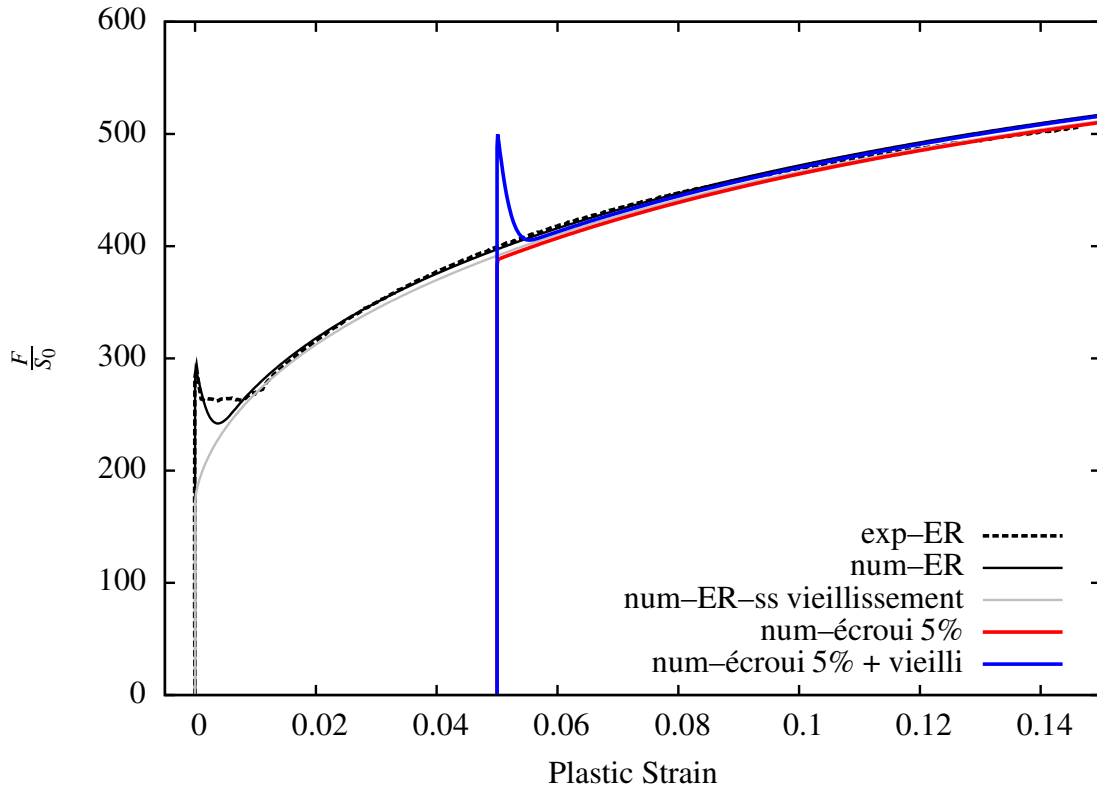


FIG. 6.14 – Comportement sur un point de Gauss pour toutes les conditions matériau, ER, écroui 5% et écroui 5% + vieilli à 20°C.

### 6.3.2 Localisation de la déformation plastique dans la simulation de l'essai Charpy

Le vieillissement statique a un impact sur la localisation de la déformation au sein de l'éprouvette Charpy. La figure 6.15 met en parallèle la manifestation de la déformation plastique cumulée pour un même déplacement du marteau donné (0.215 mm). Ce déplacement du marteau permet de se placer sur la courbe charge déplacement, 6.20, proche du pic qui suit la pente élastique pour le comportement écroui-vieilli. La déformation plastique est beaucoup plus localisée et semble localement plus importante.

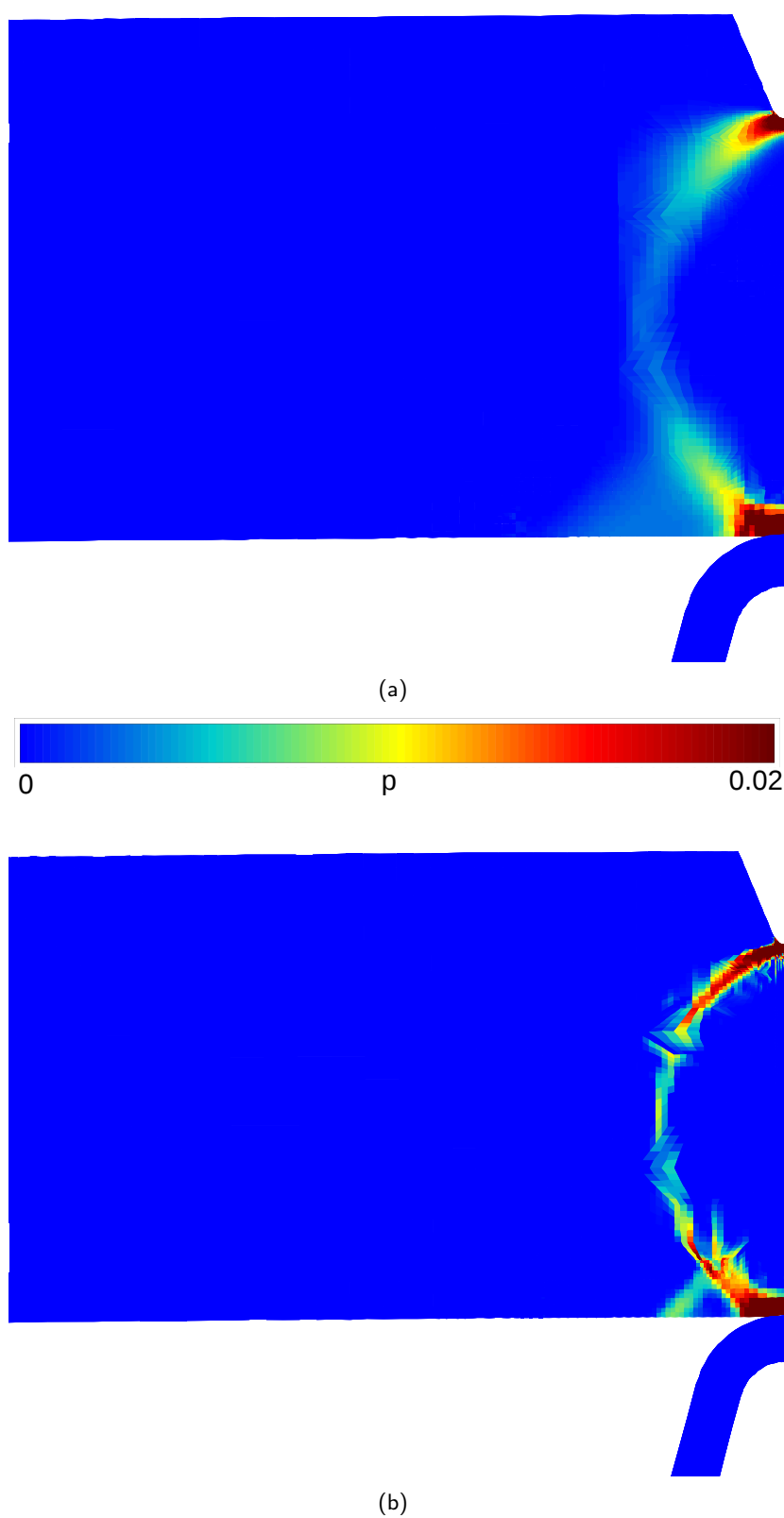


FIG. 6.15 – Déformation plastique cumulée pour un même déplacement du marteau de 0.215 mm. (a) comportement écroui. (b) comportement écroui-vieilli.

### 6.3.3 Prédiction de la courbe de résilience (transition basse) pour les autres conditions

À partir du comportement du matériau identifié et modifié selon les conditions énumérées précédemment, les figures 6.16 et 6.17 rapportent les prévisions numériques de la partie basse de la transition en résilience pour les conditions écrouie et écrouie-vieillie. Les paramètres de Beremin,  $m$  et  $\sigma_u$  identifiés dans la partie 6.2.3 sont conservés. La conservation de ces paramètres permet de mettre en avant l'influence de l'écrouissage et du vieillissement statique sur les résultats uniquement via le comportement mécanique du matériau.

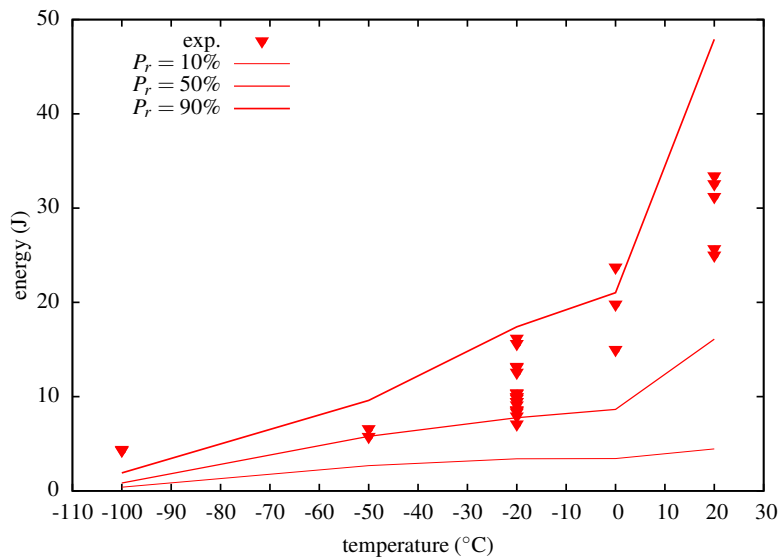


FIG. 6.16 – Prédiction de la courbe de résilience en énergie, état écroui.

La prévision pour l'état écroui, sur la figure 6.16, montre une bonne enveloppe des résultats expérimentaux en terme d'énergie de rupture. Cependant, pour les très basses températures la probabilité de rupture est sous estimée. Le niveau d'énergie donné par le calcul est deux fois plus faible à la température de  $-100^{\circ}\text{C}$  que l'énergie expérimentale.

L'état écroui-vieilli présente les mêmes tendances que pour l'état écroui seul (cf. figure 6.17). À très basses températures, lorsque les énergies sont très faibles, la prédiction reste trop conservatrice. Il faudrait faire un essai de traction à  $-100^{\circ}\text{C}$  sur des éprouvettes écrouies à l'ambiante et écrouies vieilles également pour vérifier si les hypothèses,  $\rho_0^{\text{écroui}}$  et  $t_{a0}^{\text{écroui+vieilli}}$  sont toujours valables.

### 6.3.4 Synthèse de la prévision de la partie basse de la courbe de transition de la résilience pour les trois conditions

La comparaison entre les probabilités de rupture obtenues pour les trois conditions du matériau est reportée sur la figure 6.18. Sur cette figure, par souci de clarté, on a reporté uniquement l'isoprobabilité de rupture à 50% obtenue avec le modèle de Beremin. On observe clairement un décalage de la transition basse entre l'état de réception et l'état écroui. De même, un décalage supplémentaire est constaté entre l'état écroui et l'état écroui et vieilli. Ces décalages sont bien qualitativement en adéquation avec la littérature, [Houssin et al., 1980], et ceux observés expérimentalement dans le chapitre 5, il manque des données pour mieux juger quantitativement des résultats.

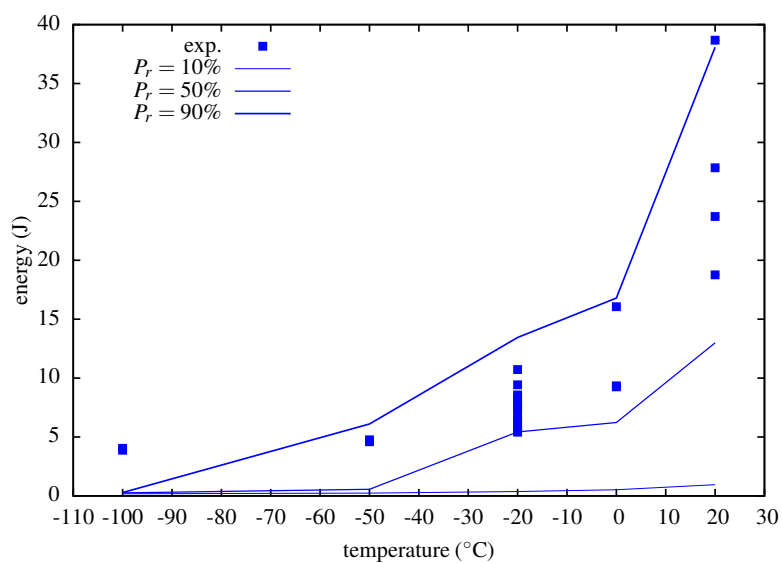


FIG. 6.17 – Prédiction de la courbe de résilience en énergie, état écroui et vieilli.

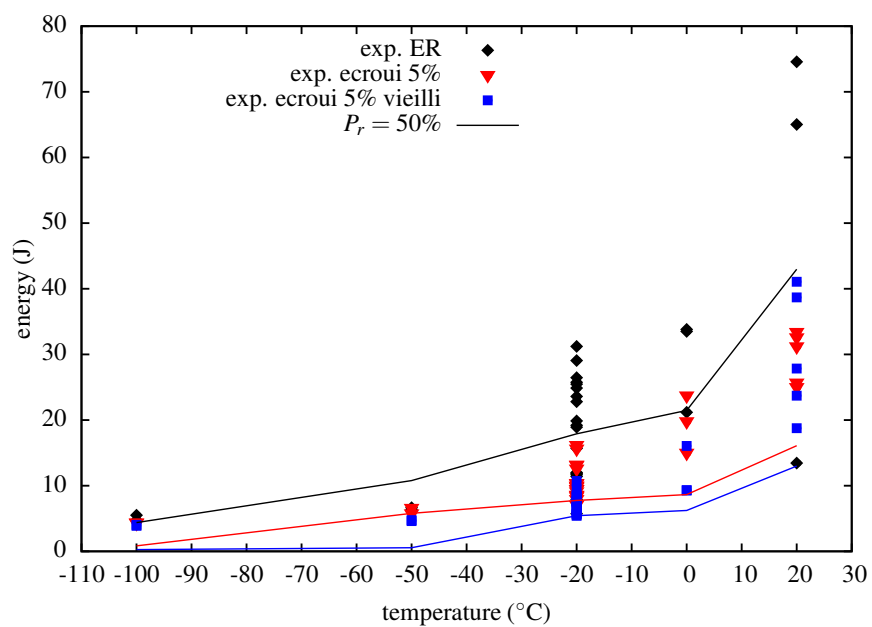


FIG. 6.18 – Prédiction de la courbe de résilience en énergie, à 50% pour les 3 conditions.



## 6.4 Courbes Charge-déplacement

### 6.4.1 Analyse numérique

Les courbes numériques charge-déplacement des essais Charpy sont analysées et reportées sur la figure 6.19. Les trois états du matériau sont représentés, (a) l'état de référence dit état de réception, (b) l'état écroui à 5% de déformation et (c) l'état écroui à 5% de déformation et vieilli. Toutes les températures de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $20^{\circ}\text{C}$  sont tracées. On remarque un léger pic pour le comportement à l'état de réception (a) suite au vieillissement statique se manifestant par le phénomène de Lüders. Pour le cas écroui (b), ce pic est logiquement inexistant de par la suppression du pic de Lüders en raison de l'écrouissage du matériau. Enfin, la dernière condition, écrouie et vieilli (c), présente à nouveau un pic traduisant le vieillissement statique au sein du matériau suite au vieillissement thermique subi. Les courbes numériques sont accidentées et présentent des endroits singuliers se traduisant par de légères décharges. Ces phénomènes purement numériques sont liés au contact mis en jeu dans la simulation mais l'origine n'en est pas clairement identifiée.

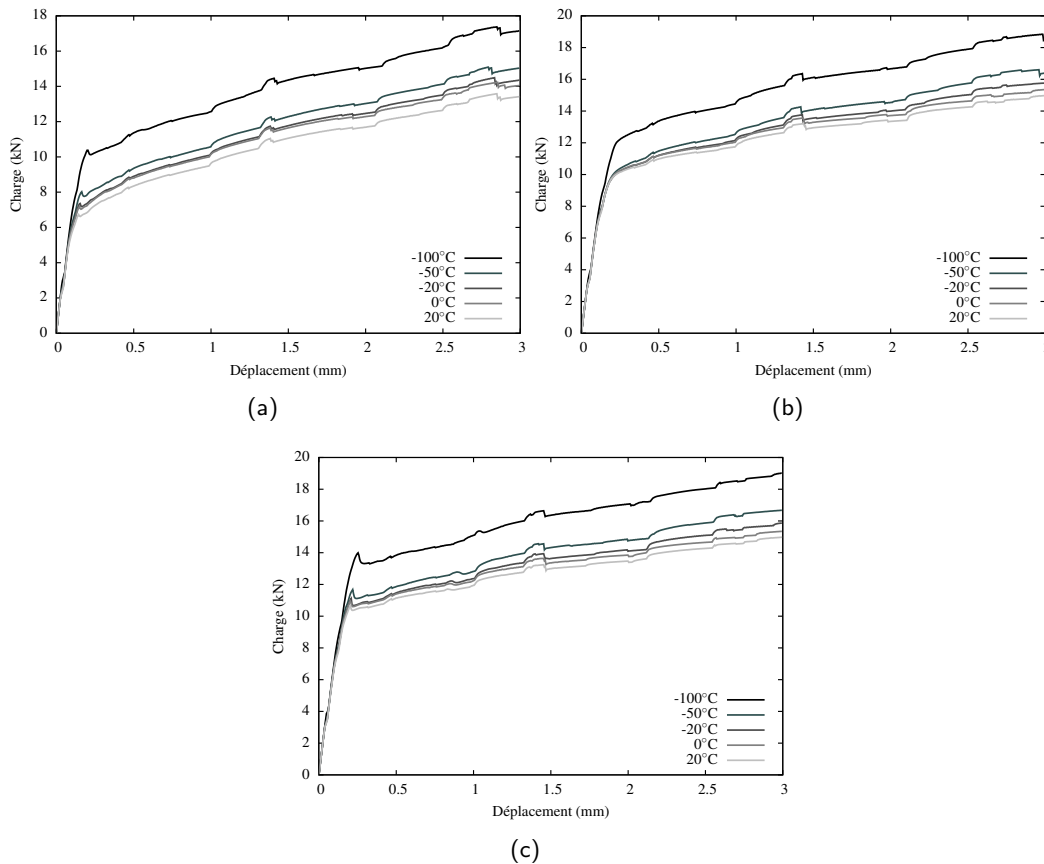


FIG. 6.19 – Courbes numériques Charge-déplacement, pour toutes les températures de la transition basse. (a) état ER. (b) état écroui 5%. (c) état écroui 5% + vieilli.

Le vieillissement statique au sein du matériau engendre nettement un pic de force qui est identifiée sur la figure 6.20. Les courbes charge-déplacement issues de la simulation y sont tracées pour une même température,  $-20^{\circ}\text{C}$ , pour les trois états du matériau.

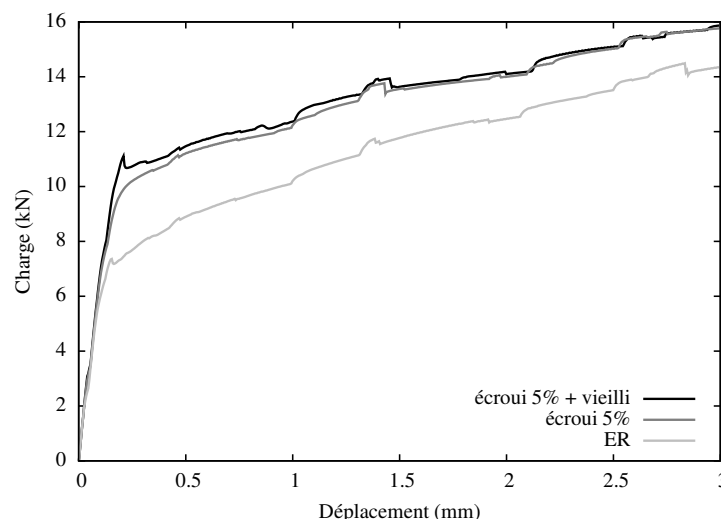


FIG. 6.20 – Courbes numériques Charge-déplacement, pour les 3 conditions à  $-20^{\circ}\text{C}$ .

#### 6.4.2 Comparaison expérimental-numérique

La figure 6.21 montre les comparaisons entre les courbes charge-déplacement expérimentales et la courbe issue de la simulation numérique à chaque température. Les simulations numériques présentent des niveaux globaux d'énergie relativement plus faibles. Les courbes numériques sont tracées par défaut pour un déplacement suffisamment élevé afin de couvrir tous les essais pour chaque température. Par exemple à  $-100^{\circ}\text{C}$ , la probabilité de rupture numérique de 90% est atteinte pour un déplacement de l'ordre de 0,65 mm. Les courbes expérimentales sont mal décrites aux faibles températures car à ces températures il est difficile de bien simuler tous les effets avec une simulation quasi-statique isotherme. Le principal objectif de l'étude est de comparer trois états du matériau pour prendre en compte l'influence du vieillissement sur le comportement à rupture.

Tous les résultats pour les autres états du matériau sont annexés dans G dans la partie G.3.

### 6.5 Discussion

Les valeurs d'énergies calculées pour l'état écroui et l'état écroui-vieilli sont en-dessous des valeurs expérimentales. Cette partie propose d'enrichir la modélisation pour observer l'influence de ces modifications sur les énergies à rupture. Deux niveaux d'améliorations sont décrits : l'ajout d'un écrouissage cinématique et la prise en compte du désancrage partiel post vieillissement.

#### 6.5.1 Prise en compte de l'écrouissage cinématique

La version actuelle du modèle de comportement prend uniquement en compte un écrouissage isotrope non linéaire. Il montre donc naturellement des limites pour simuler correctement des essais tels que l'essai de traction-compression ou encore la traction-vieillessement-compression. Ceci peut être amélioré en introduisant un terme d'écrouissage cinématique. Le but est d'analyser l'influence de l'ajout de ce terme d'écrouissage cinématique sur les résultats de simulation Charpy et notamment sur les valeurs des énergies à

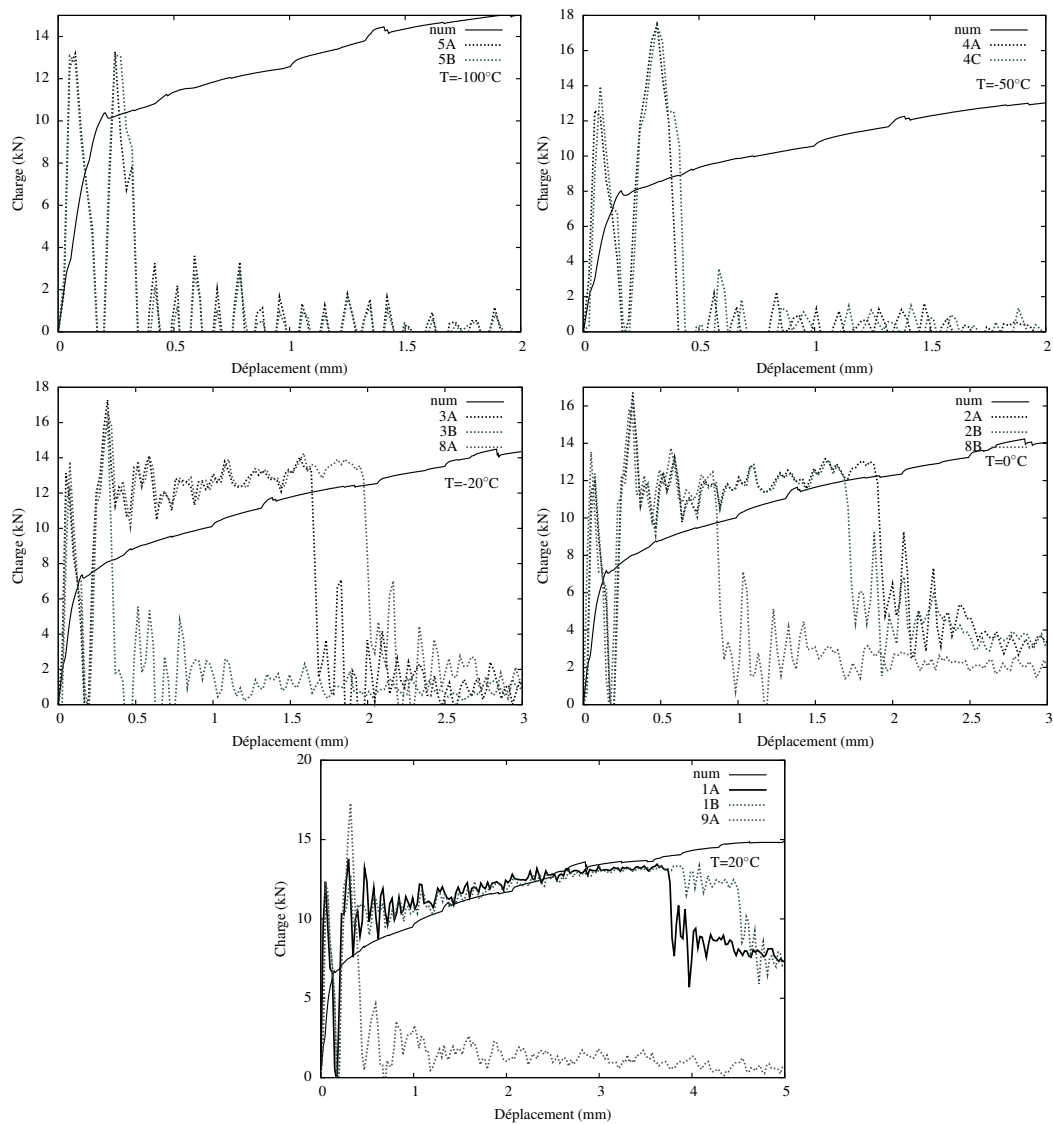


FIG. 6.21 – Comparaison expérimental-numérique des courbes charge-déplacement obtenues à différentes températures pour l'état de réception, ER.

rupture calculées. L'emploi de l'écroutissage cinématique se justifie quant à la nécessité de mieux décrire les essais de traction-compression présentés dans le chapitre 3. De plus les trajets de chargement dans une éprouvette Charpy sont différents, opposés parfois, mais essentiellement radiaux au cours de la simulation. Par contre le fait de prédéformer des éprouvettes en traction avant de les utiliser lors des essais de résilience induit des trajets fortement non radiaux monotone (notamment dans la zone en contact près du marteau). Il est donc intéressant d'évaluer l'influence que va avoir l'introduction du terme cinématique (équation 6.9) pour les simulations Charpy du matériau écroui.

L'écroutissage cinématique continue de jouer un rôle important lors de décharges, même pour les grandes déformations, et c'est lui qui est prépondérant pour les faibles déformations et les chargements cycliques. Il permet en particulier de simuler correctement l'effet Bauschinger, c'est-à-dire le fait que la limite d'élasticité lors du passage en compression est plus basse que la limite d'élasticité initiale. La variable interne qui caractérise l'écroutissage cinématique est, d'après Lemaitre et Chaboche,  $\alpha$  (déformation) qui permet ensuite d'obtenir une contrainte d'écroutissage  $\underline{X}$ .

$$f(\underline{\sigma}, \underline{X}) = J_2(\underline{\sigma} - \underline{X}) - \sigma_y \quad (6.9)$$

$$\underline{X} = \frac{2}{3} C \alpha \quad (6.10)$$

$$\dot{\alpha} = \dot{\epsilon}_p - D \dot{p} \alpha \quad (6.11)$$

La figure 6.22 montre la capacité du modèle actuel avec seulement l'écroutissage isotrope non linéaire à décrire l'essai de traction-compression. On remarque que l'effet Bauschinger n'est pas pris en compte avec cette version du modèle. Une première identification permet d'obtenir un nouveau jeu de paramètres décrivant plus fidèlement la courbe expérimentale de traction-compression avec la modification des paramètres liés à l'écroutissage isotrope non linéaire et l'ajout des paramètres  $C$  et  $D$  (voir tableau 6.4). La modélisation n'est pas parfaite mais ce choix permet une première approche des résultats avec un écroutissage cinématique. La simulation de l'essai de traction-compression avec ce nouveau modèle permet une reproduction plus fidèle de l'expérience. Par ailleurs, on s'assure aussi que le nouveau modèle permet de garder une bonne description du comportement en traction jusqu'à 10%. Le paramètre  $P_1$  est réajusté pour bien décrire la hauteur du pic car  $\sigma_0$  a été modifié lors de l'introduction du terme cinématique.

TAB. 6.4 – Nouveau et ancien jeu de paramètres à 20°C pour les écroutissages : isotrope non linéaire et cinématique.

	Amélioré niveau 1	Initial
A (m <sup>-2</sup> )	2.15×10 <sup>+16</sup>	3.086×10 <sup>+16</sup>
B (m <sup>-2</sup> )	4.80×10 <sup>+15</sup>	5.115×10 <sup>+15</sup>
$\sigma_0$ (MPa)	55	116
C	3140	×
D	49.5	×
$P_1$ (MPa)	350	183.2

Les conditions initiales des variables internes utilisées pour simuler le comportement écroui à 5% de déformation sont présentées dans le tableau 6.5.

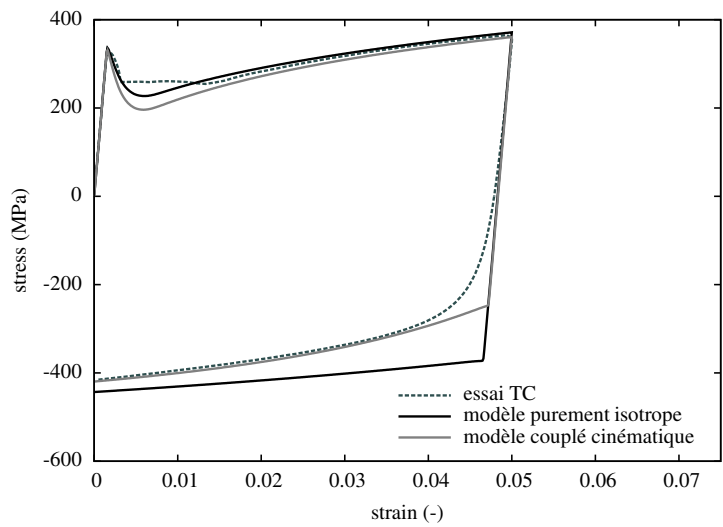


FIG. 6.22 – Comparaison de l’essai TC (traction–compression) expérimental et numérique avec l’écrouissage purement isotrope et l’écrouissage isotrope+cinématique sur un point de Gauss à 20°C ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

TAB. 6.5 – Modification des conditions initiales pour le modèle amélioré niveau 1.

$\rho_0 \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$9.4 \times 10^{14}$
$\alpha_{11}$	$-9.16 \times 10^{-3}$
$\alpha_{22}$	$1.83 \times 10^{-2}$
$\alpha_{33}$	$-9.16 \times 10^{-3}$

TAB. 6.6 – Énergies à rupture numériques (en Joules) calculées pour une probabilité de rupture de 20% pour le modèle initial et le modèle amélioré à l’état écroui.

	Modèle initial	Modèle amélioré niveau 1	Expérimental (valeur mini sur 5 éprouvettes)
écroui	6.7 J	19.4 J	25 J

La nouvelle valeur d'énergie à rupture numérique (voir tableau 6.6) pour une probabilité de rupture de 20% montre une meilleure adéquation avec l'expérience. La prise en compte de l'écroutissement cinématique améliore de manière générale significativement l'estimation des énergies de rupture. L'introduction du terme d'écroutissement cinématique modifie le champ de contrainte dans la zone en fond d'entaille de l'éprouvette de résilience. Le champ de contrainte pour le calcul de la contrainte de Weibull est globalement plus faible ce qui retarde en conséquence les probabilités de rupture. La courbe globale charge-déplacement varie (plus basse) aussi entre le modèle initial et le modèle amélioré niveau 1. Ceci est lié en partie à un effet de structure car l'écroutissement cinématique influe surtout dans la zone en contact derrière le marteau. En effet cette dernière est en compression lors de l'essai Charpy après avoir subi la traction de prédéformation à 5%. Le couplage des deux effets induit l'augmentation d'énergie de rupture observée.

### 6.5.2 Prise en compte du « désancrage partiel »

La figure 6.23 montre les résultats issus de la simulation numérique sur un élément de volume pour l'essai de traction-vieillessement-traction et l'essai de traction-vieillessement-compression. Deux comportements sont distingués. Le modèle de niveau 1 est celui utilisé jusqu'à présent (partie 6.5.1), modifié pour un introduire un écroutissement cinématique.

Au vu des essais de traction-vieillessement-traction et traction-vieillessement-compression, la déformation post vieillessement présente dans les deux cas un « désancrage partiel » qui n'est pas décrit correctement. Afin de tenir compte de ce phénomène, après la première déformation à 5% de déformation, on augmente le paramètre  $\sigma_0$  en diminuant en conséquence le paramètre du vieillessement  $P_1$ . Cette configuration est appelée modèle de niveau 2 et les nouvelles valeurs des paramètres  $\sigma_0$  et  $P_1$  sont réactualisées et reportées dans le tableau 6.7. Ce choix reste discutable car très heuristique mais reste dans une première approche viable pour une bonne description de l'essai post vieillessement. Il y a une bonne corrélation entre l'essai expérimental et la simulation numérique sur la description de la partie post vieillessement pour la version du modèle tenant compte du sur-écroutissement (niveau 2) pour l'essai TVT. L'essai TVC est légèrement moins bien décrit en terme de niveau et de taux d'écroutissement.

TAB. 6.7 – Modification des paramètres  $\sigma_0$  et  $P_1$  réactualisés pour le modèle de niveau 2, comportement écroui-vieilli.

	Amélioré niveau 2	Amélioré niveau 1
$\sigma_0$ (MPa)	110	55
$P_1$ (MPa)	135	350

Finalement, le modèle de niveau 2 est utilisé pour simuler les essais Charpy pour la condition écrouie-vieille. L'objectif est d'observer l'influence de ce comportement sur les résultats des énergies de rupture numériques pour une probabilité de rupture donnée en les comparant avec le modèle initial (écroutissement isotrope non linéaire, pas de « désancrage partiel »). On ne cherche pas ici de comparaison avec le modèle amélioré niveau 1 car les effets cinématiques et « désancrage partiel » nous semble être d'égale importance.

La nouvelle valeur d'énergie à rupture numérique (voir tableau 6.8) pour une probabilité de rupture de 20% montre une meilleure adéquation avec l'expérience. La prise en compte du « désancrage partiel » pour la condition écrouie-vieille donne une meilleure évaluation de l'énergie de rupture numérique pour une probabilité de rupture de 20%. Cette amélioration est surtout due à la prise en compte de l'écroutissement cinématique. Cependant une augmen-

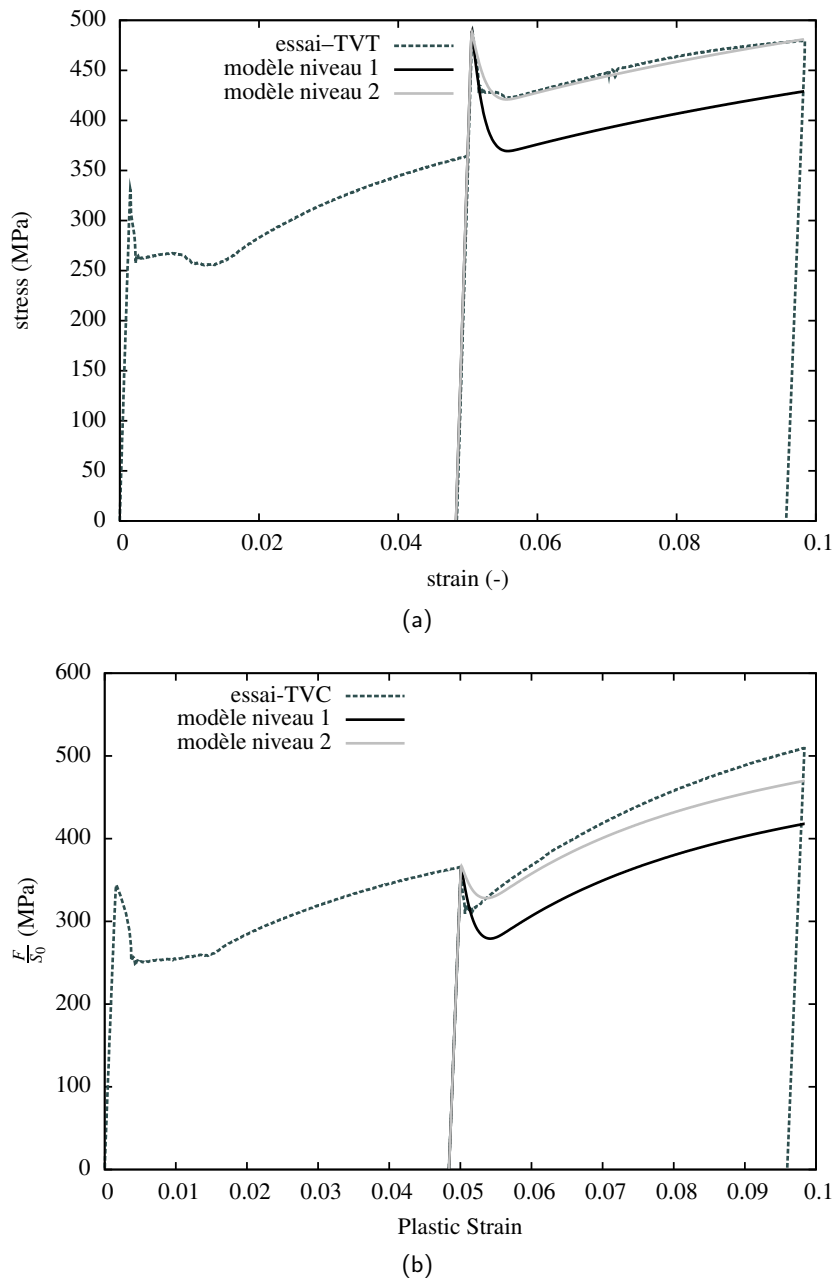


FIG. 6.23 – Comparaison des résultats expérimentaux et numériques sur un point de Gauss avec écrouissages isotrope et cinématique à 20°C,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) traction–vieillessement–traction. (b) traction–vieillessement–compression ; La partie compression sur la seconde déformation est représentée avec un signe inversé pour une meilleure compréhension.

TAB. 6.8 – Énergies à rupture numériques (en Joules) calculées pour une probabilité de rupture de 20% pour le modèle initial et le modèle amélioré à l'état écroui–vieilli.

	Modèle initial	Modèle amélioré (niveau 2)	Expérimental (valeur mini sur 5 éprouvettes)
écroui–vieilli	4.89 J	5.7 J	18.7 J

tation plus importante des valeurs des énergies calculées serait nécessaire pour se rapprocher des résultats expérimentaux. Un modèle moins heuristique simulant le « désancrage partiel » pourrait peut être répondre à cette attente comme selon [Fressengeas et al., 2005].

## 6.6 Conclusion

La prévision de la courbe de résilience (partie basse) dans le domaine de la transition ductile–fragile a été abordée par la simulation de l'essai Charpy. Des simulations en 2D déformations planes ont permis de calculer toutes les énergies de ruptures pour chaque température expérimentale afin de construire la courbe de transition basse de résilience.

Les fortes oscillations de la force sur les courbes charge–déplacement issues de l'instrumentation de l'essai Charpy montrent que cet essai est de nature fortement dynamique. Cela signifie que les effets inertiels sont présents dans l'éprouvette au cours de l'essai, notamment dans le cas de la rupture fragile. Les temps à rupture sont faibles et les effets inertiels peuvent être très importants. Les difficultés numériques engendrées pour représenter ces effets sont nombreuses. La prise en compte des effets d'inertie est indispensable pour aborder de façon très représentative la modélisation de la courbe globale charge–déplacement au cours de l'essai qui comporte de fortes oscillations au début du chargement. La modélisation quasi-statique adoptée ne permet pas de rendre compte des oscillations apparaissant sur les courbes expérimentales directement dues au effets d'inertie. Une analyse dynamique, plus précise, doit permettre de rendre compte de la période des oscillations, [Berdin and Prioul, 2007]. La vitesse doit être imposée au marteau rigide par l'intermédiaire d'un ressort destiné à simuler la raideur de la machine. Un calcul 3D étant très lourd et sans apport essentiel pour l'analyse dynamique de l'essai, on peut se limiter à un calcul 2D incluant la prise en compte de la raideur machine pour décrire les périodes des oscillations liées à la dynamique de l'essai. Ceci pourrait constituer une amélioration à notre étude.

La rupture fragile a été décrite par l'utilisation du modèle de Beremin, [Beremin, 1983]. Ce modèle permet à travers le calcul de la contrainte de Weibull d'obtenir des isoprobabilités de rupture en fonction du chargement appliqué sur la structure. Trois paramètres sont nécessaires,  $m$ ,  $\sigma_u$  et  $V_0$  où l'exposant  $m$  représente la dispersion des défauts dans le matériau, la contrainte  $\sigma_u$  représente la résistance au clivage du matériau et  $V_0$  est un volume de référence. Seuls deux des paramètres cités sont indépendants car le paramètre  $\sigma_u$  est lié à  $V_0$  par la relation,  $\sigma_u V_0^{1/m} = \text{cste}$ . Dans cette étude les valeurs  $m$  et  $\sigma_u$  ont été déterminées à partir d'essais de résilience sur des éprouvettes KCV à la température de  $-20^\circ\text{C}$ , où la rupture est déclenchée uniquement par clivage, puis gardées indépendantes de la température et de la vitesse de sollicitation.

Les valeurs des paramètres de Beremin identifiés sont proches et du même ordre de grandeurs que ceux rencontrés dans d'autres études mais pour des aciers de cuve. Avec  $V_0 = (50\mu\text{m})^3$ , [Beremin, 1983] avait pris  $m = 22$  et des valeurs de  $\sigma_u$  comprises entre 1970 MPa et 2800 MPa pour différentes températures. [Tahar, 1998] a obtenu  $m = 21$  et  $\sigma_u = 2809$  MPa, les paramètres ici sont :  $m = 23$  et  $\sigma_u = 1654$  MPa.

Cette méthodologie permet de décrire correctement l'évolution et d'encadrer quantitativement les valeurs d'énergie à rupture pour la plage de température étudiée de  $-100^\circ\text{C}$  à  $20^\circ\text{C}$  à l'état de réception (ER). Rappelons que ces résultats ont été obtenus à partir de valeurs de  $m$  et  $\sigma_u$  indépendantes de la température.

Cependant, l'état écroui montre une moins bonne estimation des valeurs des énergies de rupture et particulièrement à  $-100^\circ\text{C}$ . De même pour l'état écroui–vieilli, les valeurs des énergies de rupture sont sous-estimées. Au vu de la bonne description des résultats pour l'état de réception, ces écarts ne peuvent être attribués que partiellement au modèle de



Beremin. Le comportement et les conditions prises pour les deux états écroui et écroui-vieilli ne permettent pas de prévoir exactement les valeurs des énergies de ruptures expérimentales avec le modèle présenté dans cette étude. La tendance est tout de même bien décrite en terme de décalage de la transition vers les plus hautes températures avec le vieillissement. Par ailleurs, nous avons pu voir à travers la discussion que la prise en compte de l'écrouissage cinématique et du désancrage partiel permettent d'améliorer la prévision des énergies de rupture expérimentales. Les améliorations du modèle donnent de meilleures prévisions pour les conditions écrouie et écrouie-vieillie.

## Conclusion et perspectives

### 7.1 Conclusion

---

L'influence du vieillissement statique sur la rupture fragile de l'acier A42 a été caractérisée dans cette étude. La première étape a été la définition et l'identification du comportement du matériau : une modélisation détaillée et physique du phénomène de vieillissement a notamment été mise en place. La transition ductile-fragile a été étudiée à partir des essais de résilience pour différents états du matériau vieilli ou non. Nous avons montré la possibilité, à travers la modélisation de l'essai Charpy par des calculs aux éléments finis, de l'approche locale, de prévoir et de reproduire des effets du vieillissement statique sur la rupture dans le bas de la transition ductile-fragile et dans le domaine fragile. Les résultats de ce travail peuvent être résumés dans les paragraphes suivants :

✓ Étude bibliographique

Dans cette partie a été présenté l'état des connaissances actuelles sur le vieillissement par la déformation statique, en particulier les phénomènes de localisation de Lüders. Les mécanismes mis en jeu ont clairement été identifiés. Une exploration des différents paramètres influant sur le phénomène a été faite. On peut citer l'importance de la concentration en atomes de solutés qu'ils soient de carbone ou d'azote. La pré-déformation joue également un rôle prépondérant car elle régit bon nombre de paramètres tels que les systèmes de glissement activés selon les directions de la déformation ou encore la densité de dislocations qui, on le sait, conduira à un ancrage plus fort des atomes en interstitiels libres.

Les méthodes de mesure de champ telles que la mesure de champ de température et la méthode de corrélation d'images ont été présentées. Ces méthodes permettent de mettre en évidence quantitativement les caractéristiques des bandes de Lüders mais également des bandes de type Portevin-Le Chatelier : l'orientation d'angle des bandes de Lüders, la déformation portée dans une bande ou encore la vitesse de propagation des bandes de Lüders.

Les mécanismes observés lors de la rupture fragile et le modèle de Beremin utilisé pour les modéliser sont présentés. La caractérisation de la transition ductile-fragile passe par des essais de résilience Charpy. Le principe et le fonctionnement de l'essai y sont détaillés. Des relations empiriques existantes reliant la résilience à la ténacité sont listées.

Enfin, les modèles de loi de comportement permettant de simuler le vieillissement statique, mais également dynamique, ont été présentés. Une distinction a été faite entre les modèles phénoménologiques et les modèles à base physique. Le modèle adopté pour la thèse a été un modèle de loi de comportement (KEMC) capable de décrire un grand nombre de phénomènes observés expérimentalement.

✓ Caractérisation expérimentale du comportement

La microstructure de l'acier étudié a été caractérisée. Il s'agit d'un mélange de ferrite et de colonies de perlite dues au procédé de mise en forme. Les dimensions typiques de la microstructure ont été quantifiées ainsi que la taille de grains (20–30  $\mu\text{m}$ ). Des essais de traction simples réalisés sur des éprouvettes lisses cylindriques ont permis de construire une base de données solide à différentes vitesses de déformation et à différentes températures. La gamme de température testée est comprise entre  $-150^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ . Celle-ci inclut le domaine de transition ductile–fragile de l'acier et plus particulièrement la partie basse de la transition. Cette base expérimentale a été exploitée afin d'identifier le modèle de comportement. Le phénomène de Lüders se traduit par une limite d'élasticité accrue (pic de contrainte) suivi d'un plateau de déformation. Ces phénomènes rendent difficiles industriellement l'interprétation des courbes de traction macroscopique difficiles surtout lors de la détermination de la limite d'élasticité du matériau. Le pic et le palier de Lüders ont été observés à toutes les températures et pour toutes les vitesses de déformation. Ces derniers ont tendance à augmenter avec la diminution de la température.

Des essais de traction–compression ont permis de mettre en avant l'influence du trajet de chargement sur la manifestation du phénomène de Lüders sur le comportement du matériau. L'historique du trajet de chargement joue un rôle prépondérant quant à la réponse de la structure. Ces essais n'ont pas montré de pic et de palier de Lüders pour un trajet en compression après un chargement en traction. Indépendamment du premier trajet de chargement, qu'il soit en traction ou en compression, le second chargement présente par contre toujours un pic en cas de traitement de vieillissement lors du changement de direction. Il y a ici un point important en contradiction avec la littérature.

Des essais plus « originaux » ont souligné la possibilité de désancrer les atomes épinglés sur les dislocations. À travers des pré-essais en dynamique vibratoire tout en conservant un niveau de sollicitation en fatigue macroscopiquement élastique, les essais de traction ont révélé des diminutions voire des disparitions du pic et du plateau de Lüders.

#### ✓ Modélisation du comportement

Une étude numérique a été réalisée sur la simulation des phénomènes du vieillissement statique dans les aciers. Une analyse théorique mécanique d'une bande de Lüders a mis en évidence l'état de contrainte et l'état de déformation probables au sein d'une éprouvette en présence d'une bande de Lüders. Une loi de comportement phénoménologique dite adoucissante a permis de bien rendre compte dans un premier temps de la simulation des bandes de Lüders au sein d'une éprouvette. Une étude de dépendance au maillage dans la simulation des bandes de Lüders a été menée. Des simulations sur une géométrie d'éprouvettes pour un essai de traction uniaxiale ont mis en évidence la dépendance sévère des résultats vis-à-vis du maillage (taille et orientation). Plusieurs géométries de maillage ont mis en évidence des réponses sur les courbes contrainte-déformation bien différentes selon le maillage choisi. Une méthode de régularisation à gradient de déformation a permis de s'affranchir de cette dépendance. Cette méthode introduit une longueur caractéristique à travers un nouveau paramètre matériau supplémentaire qui semble pouvoir être reliée avec la taille de grains de notre matériau. Cette méthode a été implémentée dans le code de calcul par éléments finis ZéBuLoN et a donné des résultats qui convergent vers une solution unique et ce avec n'importe quel type de maillage.

Une procédure et une stratégie d'identification systématique a été mise en place pour le modèle utilisé. Cette stratégie a permis un découplage dans l'identification des différentes contributions additives impliquées. Les paramètres d'écrouissage et de viscosité ont été identifiés à partir des essais de traction uniaxiale sans prendre en compte le vieillissement statique. Les paramètres liés au vieillissement statique ont ensuite été identifiés à travers

une stratégie bien détaillée et découplée qui permet une identification rapide et efficace de tous les paramètres. La force de cette procédure d'identification réside dans le fait que l'optimisation des paramètres a été réalisée uniquement sur un point matériel ce qui rend les temps de calcul avantageux comparé à des identifications lourdes et coûteuses sur des éprouvettes entières. Les simulations numériques par éléments finis de traction simple avec propagation de bande de Lüders ont permis de valider l'identification. Les effets du vieillissement observés expérimentalement sont très bien pris en compte et représentés. La hauteur du pic de contrainte, le niveau et la longueur du plateau ont été bien décrits à toutes les températures, de  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $20^{\circ}\text{C}$ . De même, les cinétiques de propagation et d'évolution des bandes de Lüders ont été numériquement en bonne adéquation avec les observations expérimentales extraites de mesures de champs.

✓ Caractérisation expérimentale à rupture via l'essai Charpy

Des essais de type Charpy ont permis de construire les courbes de résilience de l'acier A42. Trois courbes de résilience différentes ont été obtenues pour différents états du matériau, dans le but d'étudier et d'observer l'influence du vieillissement statique sur la transition ductile–fragile. La première courbe de transition concerne le matériau à l'état de réception, donc sans traitement préalable tant au niveau mécanique que thermique. La seconde courbe de transition réalisée rend compte des énergies de rupture pour l'acier A42 écroui jusqu'à 5% de déformation. L'influence du pré-écrouissage sur le matériau supprime les effets liés au vieillissement statique. La dernière courbe de transition tracée intervient pour un état également écroui mais en sus vieilli thermiquement pendant 30 minutes à la température de  $250^{\circ}\text{C}$ . Ce traitement thermique a pour conséquence de faire diffuser les atomes de carbone ou d'azote en solution solide dans le réseau vers les dislocations et donc de réactiver les phénomènes de vieillissement statique. C'est ainsi que l'influence du vieillissement statique a pu être mise en évidence. Les courbes de résilience pour chacune de ces conditions présentent un décalage de la température de transition entre l'état de réception et écroui mais également entre l'état écroui et écroui-vieilli. Le premier décalage est attribué à l'effet du pré-écrouissage mais le second décalage est purement induit par le vieillissement statique.

Une des caractéristiques de la courbe de résilience est la dispersion importante dans la transition ductile–fragile. Pour mieux évaluer cette dispersion mais également pour l'identification du modèle de clivage, une vingtaine d'éprouvettes ont été testées à la température de  $-20^{\circ}\text{C}$ . Ce grand nombre d'essais a permis ainsi d'évaluer la dispersion expérimentale et de comparer ces valeurs pour les trois conditions de notre matériau afin de confirmer et de quantifier l'influence du vieillissement sur la rupture (fragile).

✓ Simulation de l'essai Charpy et modélisation de la rupture fragile

Les paramètres du modèle de Beremin ont été identifiés à partir des essais de résilience à  $-20^{\circ}\text{C}$ , uniquement à l'état de réception. Les paramètres de Beremin ont été pris constants avec la température et quelles que soient les conditions du matériau. Les effets inertiels n'ont pas été pris en compte dans la modélisation. Cette hypothèse s'appuie sur plusieurs études antérieures qui ont montré que l'analyse statique 2D en déformations planes est suffisante en première approximation pour représenter l'état de contrainte en arrière de l'entaille. L'échauffement adiabatique n'a pas été pris en compte car il est surtout nécessaire dans la modélisation de la déchirure ductile. L'application de la méthodologie proposée a permis de modéliser la courbe de résilience pour l'acier A42 à l'état ER. La prévision numérique de la transition pour cet état s'est révélée en très bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus. Seule la partie basse de la transition a été modélisée. Au-delà de  $20^{\circ}\text{C}$ , la déchirure ductile est omniprésente et la prise en compte du clivage seul n'est plus suffisante.

L'objectif final a été de modéliser les courbes de résilience pour les deux autres états du matériau, écroui et écroui-vieilli. Le comportement du matériau écroui a été obtenu en décalant la loi de base à partir de la densité initiale de dislocations, jusqu'à un niveau de déformation de 5% pour obtenir la nouvelle limite d'élasticité du matériau écroui de 5%. De même, pour le dernier état écroui-vieilli où le vieillissement a été pris en compte après l'avoir annihilé pour le précédent état. Dans ces deux derniers cas, les prévisions numériques sont en moins bonne concordance avec les résultats expérimentaux car trop conservatives. Cependant, les effets constatés expérimentalement sur le décalage de transition sont bien rendus par le modèle. Des améliorations du modèle ont été proposées pour se rapprocher des énergies de rupture expérimentales.

## 7.2 Perspectives

---

Lors des démarches de dimensionnement, les ingénieurs gomment ou suppriment les effets de Lüders sur les courbes de traction macroscopiques des matériaux constitutifs. Il est possible aujourd'hui à travers une démarche d'identification simple et robuste de tenir compte de tous ces effets, y compris pour le calcul de structure.

Certaines améliorations peuvent être proposées pour améliorer la démarche présentée dans cette étude.

L'utilisation et la généralisation de mesures de champs couplées aux essais expérimentaux donnent accès à des grandeurs précieuses quant à la propagation et à la manifestation des bandes de Lüders dans l'éprouvette. L'observation expérimentale à l'échelle des grains permettrait également de mieux comprendre les mécanismes du vieillissement statique à une échelle microscopique.

Des questions restent ouvertes sur le désancrage partiel des dislocations. Il faudrait développer et mettre en place des essais expérimentaux afin d'approcher et de quantifier ces désancrages partiels. Dans le but de décrire les essais à différents trajets de chargement (traction-compression-vieillissement), une évolution du modèle KEMC peut être envisagée sur le dédoublement des populations de dislocations. La densité de dislocations actuelle peut être divisée en une densité de dislocations mobiles et forêt. Ces deux familles de dislocations distinctes permettront de prendre en considération des effets qui ne sont actuellement pas pris en compte dans le modèle actuel. Il est aussi envisageable de tenir compte du caractère « composite » du matériau étudié notamment pour décrire les effets d'écrouissage cinématique, [Saada and Kruml, 2012].

L'influence du phénomène de Lüders sur la rupture semble exister. L'ingénierie doit pouvoir aujourd'hui mieux prendre en compte le vieillissement statique dans son dimensionnement afin de réduire les facteurs empiriques appliqués jusque-là et modéliser le phénomène d'un point de vue plus physique. Au vu des résultats de cette étude, il semble possible d'améliorer la modélisation de la rupture fragile pour les conditions écrouie et écrouie-vieillie. Les courbes charge-déplacement numériques des essais de résilience présentent encore des ondulations qui méritent d'être supprimées. On pourrait envisager d'appliquer ces résultats avec des éprouvettes de ténacité. Ces essais étant quasi-statiques, les problèmes dynamiques seraient évités. Des calculs de structures industrielles pour EDF pourraient être envisagés avec la prise en compte du vieillissement statique.

Les verrous et la complexité de la prise en compte des phénomènes de Lüders issus du vieillissement statique ont été simplifiés pour envisager une généralisation dans la simulation et le dimensionnement des structures. Les enjeux économiques sont réels avec un dimensionnement plus précis et une meilleure justification et analyse des défauts post-production.

- [AFNOR, 1990] AFNOR (1990). Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy, NF EN ISO 10045-1. *Association Française de Normalisation*.
- [AFNOR, 2003] AFNOR (2003). Aciers-Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente, NF EN ISO 643. *Association Française de Normalisation*.
- [Aguirre et al., 2004] Aguirre, F., Kyriakides, S., and Yun, H. D. (2004). Bending of steel tubes with Lüders bands. *Int. J. of Plasticity*, 20 :1199–1225.
- [Baird, 1963] Baird, J. D. (1963). *Dynamic strain ageing in the inhomogeneity of plastic deformation*. Asm edition. 191–222.
- [Ballarin et al., 2009] Ballarin, V., Soler, M., Perlade, A., Lemoine, X., and Forest, S. (2009). Mechanisms and modelling of bake-hardening steels : Part i. uniaxial tension. *Metallurgical and Materials Transactions*, 40A :1367–1374.
- [Barsom, 1975] Barsom, J. M. (1975). Development of the AASHTO fracture-toughness requirements for bridge steels. *Engng Fracture Mechanics*, 7 :605–618.
- [Barsom and Rolfe, 1970] Barsom, J. M. and Rolfe, S. T. (1970). Correlations between  $K_{Ic}$  and Charpy V notch test results in the transition temperature range. In *Impact testing of metals*, pages 281–302. ASTM STP 466.
- [Bellet, 1999] Bellet, M. (1999). Finite element analysis of compressible viscoplasticity using a three-field formulation. application to metal powder hot compaction. *Comp. Meth. Appl. Mech. Engng*, 175(1–2) :19–40.
- [Belotteau, 2009] Belotteau, J. (2009). *Comportement et rupture d'un acier au C-Mn en présence de vieillissement sous déformation*. PhD thesis, École Centrale Paris.
- [Belotteau et al., 2009] Belotteau, J., Berdin, C., Forest, S., Parrot, A., and Prioul, C. (2009). Mechanical behavior and crack tip plasticity of strain aging sensitive steel. *Material Science and Engineering A*, 526 :156–165.
- [Berdin and Prioul, 2007] Berdin, C. and Prioul, C. (sept. 2007). Relation résilience-ténacité. *Les techniques de l'ingénieur*, M 4168.
- [Beremin, 1983] Beremin, F. M. (1983). A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel. *Metallurgical Transactions A*, 14 :2277–2287.
- [Bergström, 1970] Bergström, Y. (1970). A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha$ -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations. *Material Science and Engineering*, 5(4) :193–200.
- [Besson, 2004] Besson, J. (2004). *Local approach to fracture*. Presse de l'Ecole des Mines.
- [Besson et al., 2001] Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J.-L., and Forest, S. (2001). *Mécanique Non Linéaire des Matériaux*. Hermès.
- [Cottrell, 1953] Cottrell, A. H. (1953). *Dislocation and plastic flow in crystals*. Clarendon press.
- [Cottrell and Bilby, 1949] Cottrell, A. H. and Bilby, B. A. (1949). Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron. *Proc. Phys. Soc.*, A62(1) :49–62.
- [Dingley and McLean, 1967] Dingley, D. J. and McLean, D. (1967). Components of the flow stress of iron. *Acta Metall.*, 15 :885–901.
- [Elliot et al., 2004] Elliot, R. A., Orowan, E., Udoguchi, T., and Argon, A. S. (2004). Absence of yield points in iron on strain reversal after aging, and the Bauschinger overshoot. *Mech. of Materials*, 36 :1143–1153.

- [Estrin and Kubin, 1989] Estrin, Y. and Kubin, L. P. (1989). Collective dislocation behaviour in dilute alloys and the Portevin–LeChatelier effect. *J. Mech. Behav. Mater.*, 2 :255–292.
- [Fleck and Hutchinson, 2001] Fleck, N.-A. and Hutchinson, J.-W. (2001). A reformulation of strain gradient plasticity. *J. Mech. Phys. Sol.*, 49 :2245–2271.
- [Forest, 2009] Forest, S. (2009). Micromorphic approach for gradient elasticity, viscoplasticity, and damage. *Journal of Engineering Mechanics*, 135(3) :117–131.
- [Francois, 1996] Francois, D. (juil. 1996). Essais de rupture. *Les techniques de l'ingénieur*, M 126.
- [Fressengeas et al., 2005] Fressengeas, C., Beaudoin, A. J., Lebyodkin, M., Kubin, L. P., and Estrin, Y. (2005). Dynamic strain aging : A coupled dislocation-solute dynamic model. *Material Science and Engineering A*, 400–401 :226–230.
- [Friedel, 1964] Friedel, J. (1964). *Dislocations*. Pergamon.
- [Frund, 2006] Frund, J. M. (2006). *Vieillissement sous déformation : résultats d'études menées sur des aciers carbone-manganèse des centrales REP*. Rapport EDF.
- [Fujita and Miyazaki, 1978] Fujita, H. and Miyazaki, S. (1978). Lüders deformation in polycrystalline iron. *Acta Metall.*, 26 :1273–1281.
- [Graff, 2006] Graff, S. (2006). *Viscoplastic behavior of zirconium alloys in the temperatures range 20 °C–400 °C : characterization and modeling of strain ageing phenomena*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Graff et al., 2004] Graff, S., Forest, S., Strudel, J. L., Prioul, C., Pilvin, P., and Béchade, J. L. (2004). Strain localization phenomena associated with static and dynamic strain ageing in notched specimens : experiments and finite element simulations. *Material Science and Engineering A*, 387–389 :181–185.
- [Grumbach, 1993] Grumbach, M. (1993). Vieillissement des aciers. *Les techniques de l'ingénieur*, M 235.
- [Gurson, 1977] Gurson, A. L. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I—yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. of Engng. Mat. Technol.*, 99 :2–15.
- [Hahn, 1962] Hahn, G. T. (1962). Model for yielding with special reference to yield-point phenomena of iron and related bcc metals. *Acta Metall.*, 10 :727–738.
- [Harper, 1951] Harper, S. (1951). Precipitation of carbon and nitrogen in cold-worked alpha-iron. *Phys. Rev.*, 83 :709–712.
- [Haušild, 2002] Haušild, P. (2002). *Transition ductile-fragile dans un acier faiblement allié*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris.
- [Houssin et al., 1980] Houssin, B., Slama, G., and Moulin, P. (1980). *Strain ageing sensitivity of pressure vessel steels and welds of nuclear reactor components*. Applied Science Pub, L.E. steele and K.E. stahlkopf edition.
- [Hundy, 1954] Hundy, B. B. (1954). Accelerated strain ageing of mild steel. *J. Iron Steel Inst.*, 178 :34–38.
- [Hähner and Kubin, 1992] Hähner, P. and Kubin, L.-P. (1992). Coherent propagative structures in plastic deformation : a theory of Lüders bands in polycrystals. *Solid State Phenomena*, 23–24 :385–402.
- [Jaoul, 1964] Jaoul, B. (1964). *Étude de la plasticité et applications aux métaux*. Dunod.

- [Keh et al., 1968] Keh, A. S., Nakada, Y., and Leslie, W. C. (1968). in : *Dislocation dynamics*, chapter Dynamic strain aging in iron and steel, pages 381–408. McGraw-Hill, AR Rosenfield edition.
- [Kocks, 1976] Kocks, U. F. (1976). Laws for work-hardening and low-temperature creep. *J. of Engng. Mat. Technol.*, 98 :76–85.
- [Koster and Kampschulte, 1961] Koster, W. and Kampschulte, G. (1961). Le frottement interne, critère de qualité d'un acier à bas carbone. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, 32(12) :809–822.
- [Kubin and Estrin, 1985] Kubin, L. P. and Estrin, Y. (1985). The Portevin-Le Chatelier effect in deformation with constant stress rate. *Acta Metall.*, 33 :397–407.
- [Kubin and Estrin, 1990] Kubin, L. P. and Estrin, Y. (1990). Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin-Le Châtelier effect. *Acta Metall. Mater.*, 38(5) :697–708.
- [Le Chatelier, 1909] Le Chatelier, A. (1909). Influence du temps et de la température sur les essais au choc. *Revue de métallurgie*, 6 :914–917.
- [Lemaitre and Chaboche, 1985] Lemaitre, J. and Chaboche, J. L. (1985). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod.
- [Linaza et al., 1995] Linaza, M. A., Rodriguezibabe, J. M., and Urcola, J. J. (1995). Comparison between brittle-fracture micromechanisms at 77k in prepacked specimens and in notched specimens. *Int. J. Frac*, 71 :R3–R10.
- [Lindley and Smallman, 1963] Lindley, T. C. and Smallman, R. E. (1963). The plastic deformation of polycrystalline vanadium at low temperatures. *Acta Metall.*, 11 :361–371.
- [Louche and Chrysochoos, 2001] Louche, H. and Chrysochoos, A. (2001). Thermal and dissipative effects accompanying Lüders band propagation. *Material Science and Engineering A*, 307 :15–22.
- [Lüders, 1860] Lüders, W. (1860). Über die äusserung der elasticität an stahlartigen eisenstäben und stahlstäben, und über eine beim biegen solcher stäbe beobachtete molecularbewegung. *Dinglers Polytech*, J5 :18–22.
- [Mac Lean, 1957] Mac Lean, D. (1957). *Grain Boundaries in Metals*. Oxford University Press.
- [Marais et al., 2012] Marais, A., Mazière, M., Forest, S., Parrot, A., and Le Delliou, P. (2012). Identification of a strain-aging model accounting for Lüders behavior in a C-Mn steel. *Philosophical Magazine*, 92(28-30) :3589–3617.
- [Marandet and Sanz, 1976] Marandet, B. and Sanz, G. (1976). étude par la mécanique de la rupture de la ténacité d'aciers à résistance moyenne fournis en forte épaisseur. *Revue de Métallurgie*, pages 359–383.
- [Mazière and Dierke, 2012] Mazière, M. and Dierke, H. (2012). Investigations on the Portevin-Le Chatelier critical strain in an aluminum alloy. *Computational Materials Science*, 52 :68–72.
- [Mazière et al., 2010] Mazière, M., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., Chalons, H., and Vogel, F. (2010). Numerical aspects in the finite element simulation of the Portevin-Le Chatelier effect. *Comp. Meth. Appl. Mech. Engng*, 199 :734–754.
- [McClintock, 1966] McClintock, F.-A. (1966). *Mechanical behavior of materials*. ARGON SA. Addison Wesley.



- [McCormick, 1988] McCormick, P. G. (1988). Theory of flow localization due to dynamic strain ageing. *Acta Metall.*, 36 :3061–3067.
- [McCormick and Ling, 1995] McCormick, P. G. and Ling, C. P. (1995). Numerical modeling of the Portevin – Le Châtelier effect. *Acta Metall. Mater.*, 43(5) :1969–1977.
- [McMahon and Cohen, 1965] McMahon, C. J. and Cohen, M. (1965). Initiation of cleavage in polycrystalline iron. *Acta Metall.*, 13 :591–603.
- [Moreno, 1998] Moreno, J. C. (1998). *Vieillissement dynamique dans les joints soudés d'aciers au Carbone-Manganèse : Relation entre les paramètres métallurgiques et le comportement mécanique*. PhD thesis, École Centrale Paris.
- [Nadai, 1931] Nadai, A. (1931). *Plasticity - A mechanics of the plastic state of matter*. McGraw-Hill.
- [Okamoto et al., 1989] Okamoto, A., Takeuchi, K., and Takagi, M. (1989). A mechanism of bake-hardening. *The Sumitomo search*, 39 :183–194.
- [PEX 1695/A0, 2009] PEX 1695/A0 (2009). Mise au point d'essais de résistance à la déchirure ductile sur éprouvette SEN(T). *EDF R&D*.
- [PEX 1721/A1, 2010] PEX 1721/A1 (2010). étude de l'effet du vieillissement statique sur la transition ductile-fragile d'une tôle en acier A42. *EDF R&D*.
- [Piobert, 1842] Piobert, G. (1842). Expérience sur la pénétration des projectiles dans le fer forgé. *Mémoire de l'Artillerie*, page 505.
- [Pluvinage et al., 1999] Pluvinage, G., Azari, Z., Kadi, N., Dlouhý, I., and Kozák, V. (1999). Effect of ferritic microstructure on local damage zone distance associated with fracture near notch. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 31 :149–156.
- [Portevin and Le Chatelier, 1923] Portevin, A. and Le Chatelier, F. (1923). Séance du 19 février 1923. *Académie des sciences*, 176 :507–510.
- [Priester, 2011] Priester, L. (2011). *Joints de grains et plasticité cristalline*. Hermes edition.
- [Rolfe and Barsom, 1977] Rolfe, S. T. and Barsom, J. M. (1977). *Fracture and fatigue control in structures. Applications of fracture mechanics*, chapter Correlation between  $K_{Ic}$  or  $K_{Id}$  and other fracture toughness tests, pages 167–207. Prentice Hall.
- [Rossoll, 1998] Rossoll, A. (1998). *Détermination de la ténacité d'un acier faiblement allié à partir de l'essai Charpy instrumenté*. PhD thesis, École Centrale Paris.
- [Rousselier, 1977] Rousselier, G. (1977). Traitement statistique des résultats des essais de résilience KV pour le tracé des courbes de transition, de cristallinité et d'expansion latérale. In *Note interne, EDF, Département Etude des Matériaux*. Electricité de France, Direction des Etudes et Recherches.
- [Rousselier, 1987] Rousselier, G. (1987). Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. *Nucl. Engng and Design*, 105 :97–111.
- [Saada and Kruml, 2012] Saada, G. and Kruml, T. (2012). Removal of plastic instabilities by reversal of the applied stress. *Philosophical Magazine*, in press.
- [Sailors and Corten, 1972] Sailors, R. H. and Corten, H. T. (1972). Relationship between material fracture toughness using fracture mechanics and transition temperature tests. In *Fracture Toughness, Proceedings of the 1971 National Symposium on Fracture Mechanics*, pages 164–191. Part II, ASTM STP 514.
- [Soler, 1998] Soler, M. (1998). *Étude du vieillissement d'un acier à bake hardening : évolution des propriétés mécaniques de traction - corrélation avec la microstructure*. PhD thesis, INSA Lyon.

- [Sylwestrowicz and Hall, 1951] Sylwestrowicz, W. and Hall, E. O. (1951). The deformation and ageing of mild steel. *Proc. Phys. Soc.*, 64(B) :495–502.
- [Tahar, 1998] Tahar, M. (1998). *Applications de l'approche locale de la rupture fragile à l'acier 16MND5 : -Corrélation résilience-ténacité. -Probabilité de rupture bimodale (clivage et intergranulaire)*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Tanguy, 2001] Tanguy, B. (2001). *Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Taupin, 2007] Taupin, V. (2007). *Incompatibilité de réseau et organisation collective des dislocations*. PhD thesis, Université Paul Verlaine, Metz.
- [Taylor, 2000] Taylor, R. (2000). A mixed-enhanced formulation for tetrahedral finite elements. *Int. J. Numer. Meth. Engng*, 47 :205–227.
- [Tipper, 1952] Tipper, C. F. (1952). Effect of direction of rolling, direction of straining, and aging on the mechanical properties of a mild steel plate. *J. Iron Steel Inst.*, 172 :143–148.
- [Transvalor and ENSMP, 2010] Transvalor and ENSMP (2010). *ZéBuLon 8.4.4 References Manuals*. Northwest Numerics.
- [Tsukahara and lung, 1998] Tsukahara, H. and lung, T. (1998). Finite element simulation of the Piobert-Lüders behavior in an uniaxial tensile test. *Materials Science and Engineering*, A248 :304–308.
- [Van den Beukel, 1975] Van den Beukel, A. (1975). Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties. *Physica Status Solidi a*, 30 :197–206.
- [Van den Beukel and Kocks, 1982] Van den Beukel, A. and Kocks, U. F. (1982). The strain dependence of static and dynamic strain aging. *Acta Metall.*, 30 :1027–1034.
- [Voce, 1948] Voce, E. (1948). The relationship between stress and strain for homogeneous deformation. *J. Inst. Metals.*, 74 :537–62.
- [Wallin, 1989] Wallin, K. (1989). A simple theoretical charpy-v- $K_{IC}$  correlation for irradiation embrittlement. In *Innovative approaches to irradiation damage and fracture analysis*, volume 170, pages 93–100. The American society of mechanical engineers, Marriot, DL., Mager, TL., Bamford, WH. edition.
- [Wallin, 1994] Wallin, K. (1994). Relevance of fracture mechanical material properties for structural integrity assessment. In *Structural integrity : Experiments-Models-Applications*, volume 1, pages 81–95. EMAS, Schwalbe, K.-H. and Berger, C. edition.
- [Wang, 2011] Wang, H. (2011). *Comportement mécanique et rupture des aciers au C-Mn en présence de vieillissement dynamique sous déformation*. PhD thesis, École Centrale Paris.
- [Wang et al., 2011] Wang, H. D., Berdin, C., Mazière, M., Forest, S., Prioul, C., Parrot, A., and Le-Delliou, P. (2011). Portevin-le chatelier (plc) instabilities and slant fracture in c-mn steel round tensile specimens. *Scripta Materiala*, 64 :430–433.
- [Wattrisse et al., 2001] Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J. M., and Némotz-Gaillard, M. (2001). Kinematic manifestations of localisation phenomena in steels by digital image correlation. *Eur. J. Mech., A/Solids*, 20 :189–211.
- [Wenman and Chard-Tuckey, 2010] Wenman, M. R. and Chard-Tuckey, P. R. (2010). Modelling and experimental characterisation of the Lüders strain in complex loaded ferritic steel compact tension specimens. *Int. J. of Plasticity*, 26 :1013–1028.
- [Wilson, 1968] Wilson, D. V. (1968). Grain size dependence of discontinuous yielding in strain-aged steels. *Acta Metall.*, 16 :743–753.

- [Wilson and Ogram, 1968] Wilson, D. V. and Ogram, G. R. (1968). Directionality of yield point in strain aged steels. *J. Iron Steel Inst.*, 206 :911–920.
- [Wilson and Russell, 1960] Wilson, D. V. and Russell, B. (1960). The contribution of atmosphere locking to the strain-ageing of low carbon steels. *Acta Metall.*, 8 :36–45.
- [Winlock, 1953] Winlock, J. (1953). The influence of the rate of deformation on the tensile properties of some plain carbon sheet steels. *J. Metals*, 5 :797–803.
- [Wu et al., 2006] Wu, D., Zhou, J., and Li, Y. (2006). Unbiased estimation of Weibull parameters with the linear regression method. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(7) :1099–1105.
- [Xia and Shih, 1996] Xia, L. and Shih, C. (1996). Ductile crack growth–III. Transition to cleavage fracture incorporating statistics. *J. Mech. Phys. Sol.*, 44 :603–639.
- [Zhang et al., 2001] Zhang, S., McCormick, P. G., and Estrin, Y. (2001). The morphology of Portevin – Le Châtelier bands : finite elements simulations for Al-Mg-Si. *Acta Materiala*, 49 :1087–1094.
- [Zhao et al., 2001] Zhao, J. Z., De, A. K., and De Cooman, B. C. (2001). Formation of the Cottrell atmosphere during strain aging of bake-hardenable steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32A :417–423.

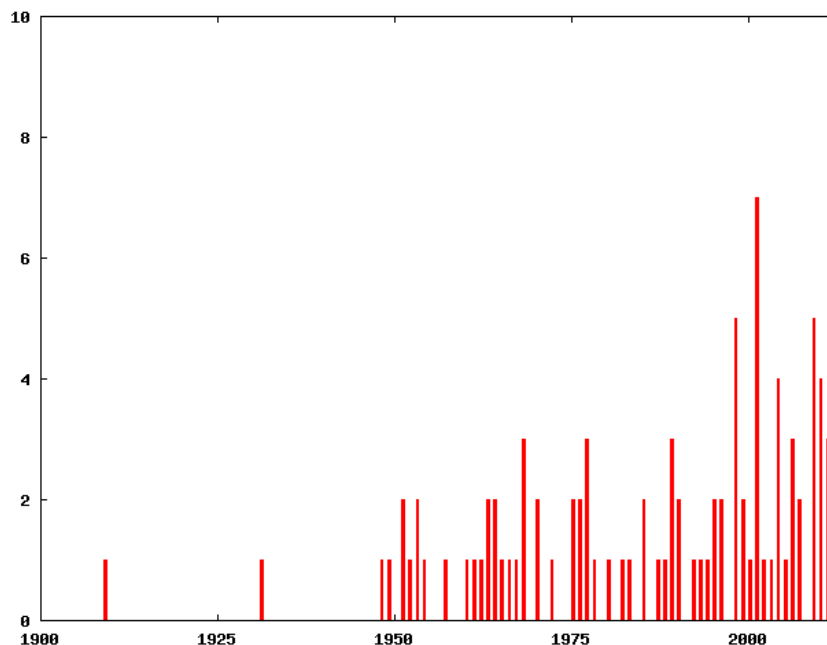


FIG. 7.1 – Historique bibliographique des bandes de Lüders au cours du temps. Nombre de publications citées en fonction des années. Un sujet encore d'actualité...



## Plan de prélèvement

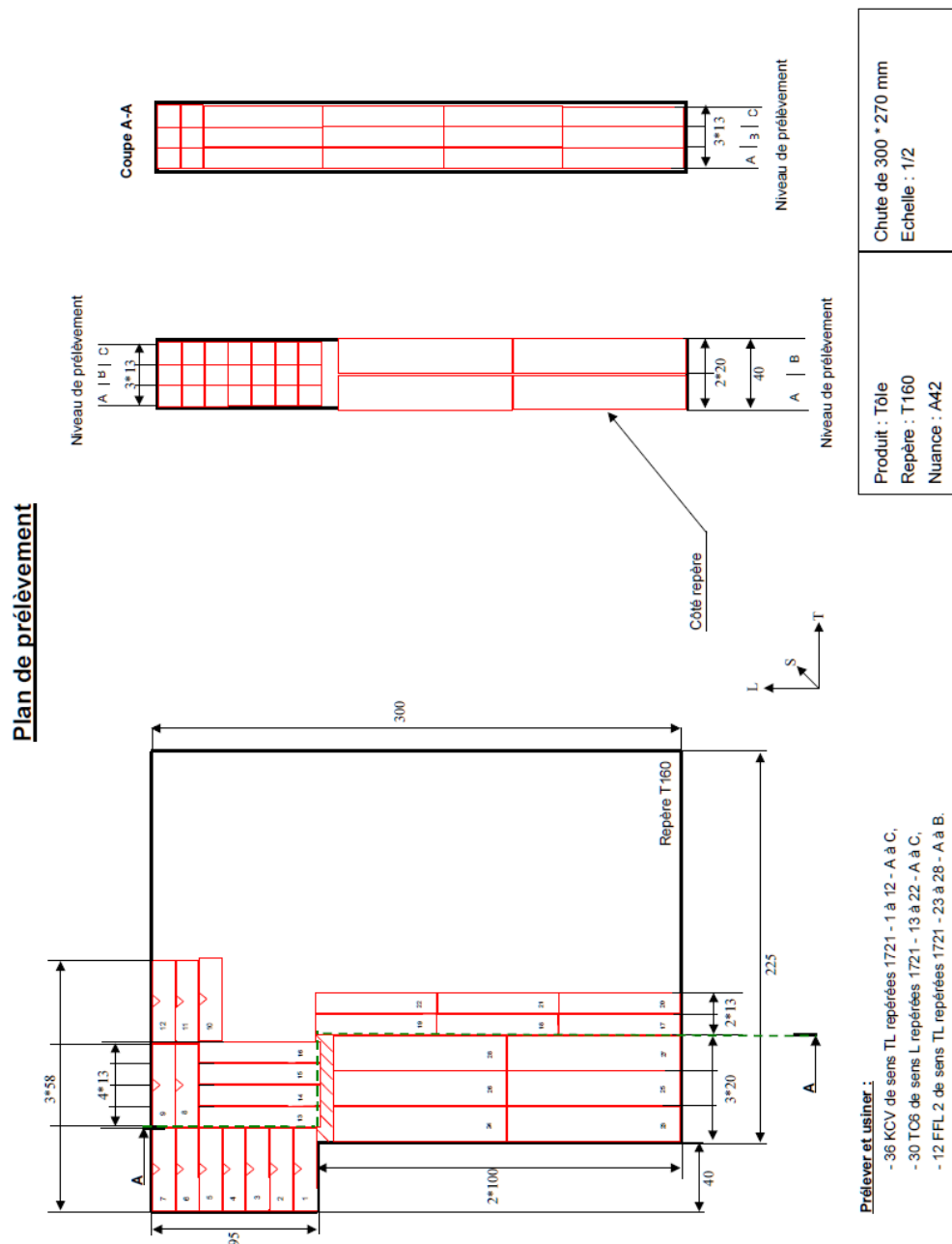


FIG. A.1 – Plan de prélèvement des éprouvettes de traction, de résilience et fatigue.



## Courbes de traction-compression

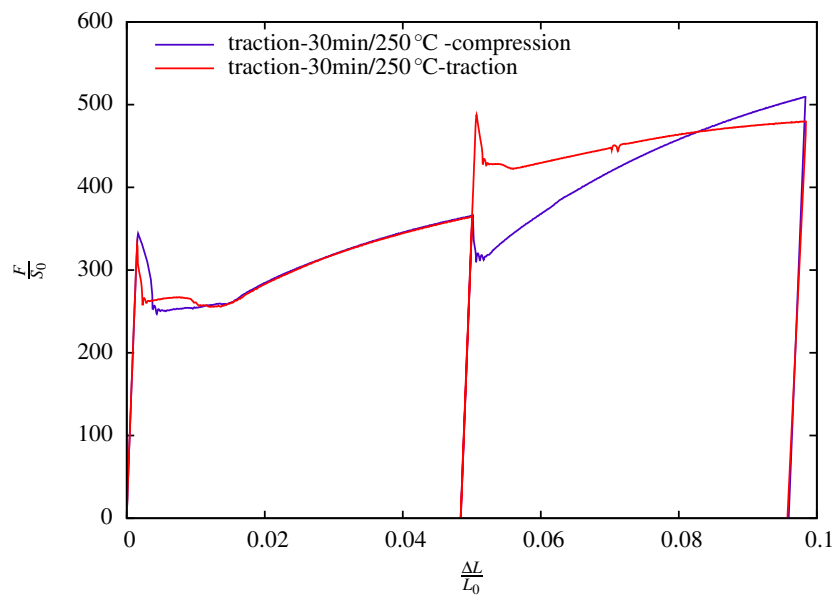


FIG. B.1 – Essai de traction-vieillessement-compression – traction-vieillessement-traction.

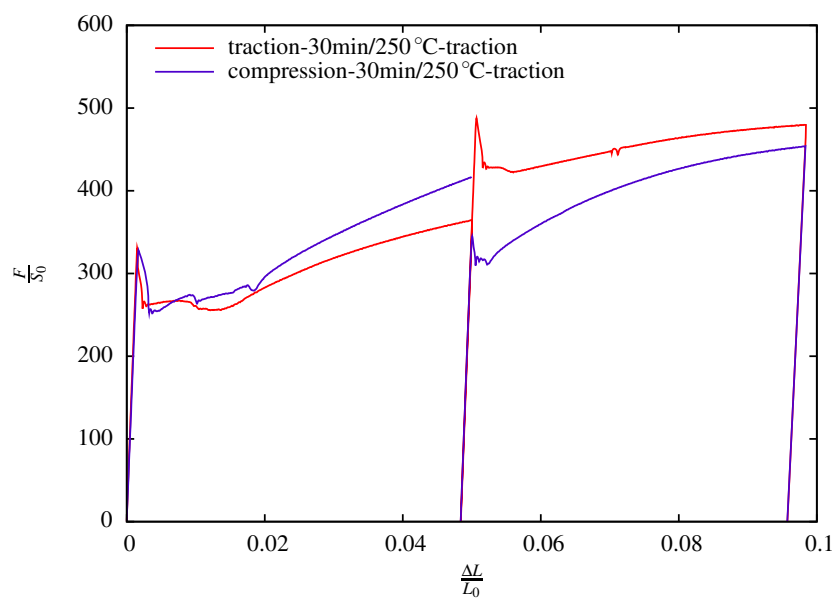
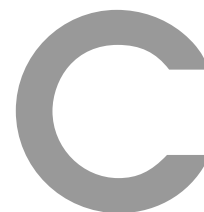


FIG. B.2 – Essai de traction-vieillessement-traction – compression-vieillessement-traction.





## Essais de traction avec mesures de champs

Certains essais de traction monotone à la température ambiante ont été couplés à un système de mesure de champs .

TAB. C.1 – Données pour la corrélation d'images pour les essais de traction.

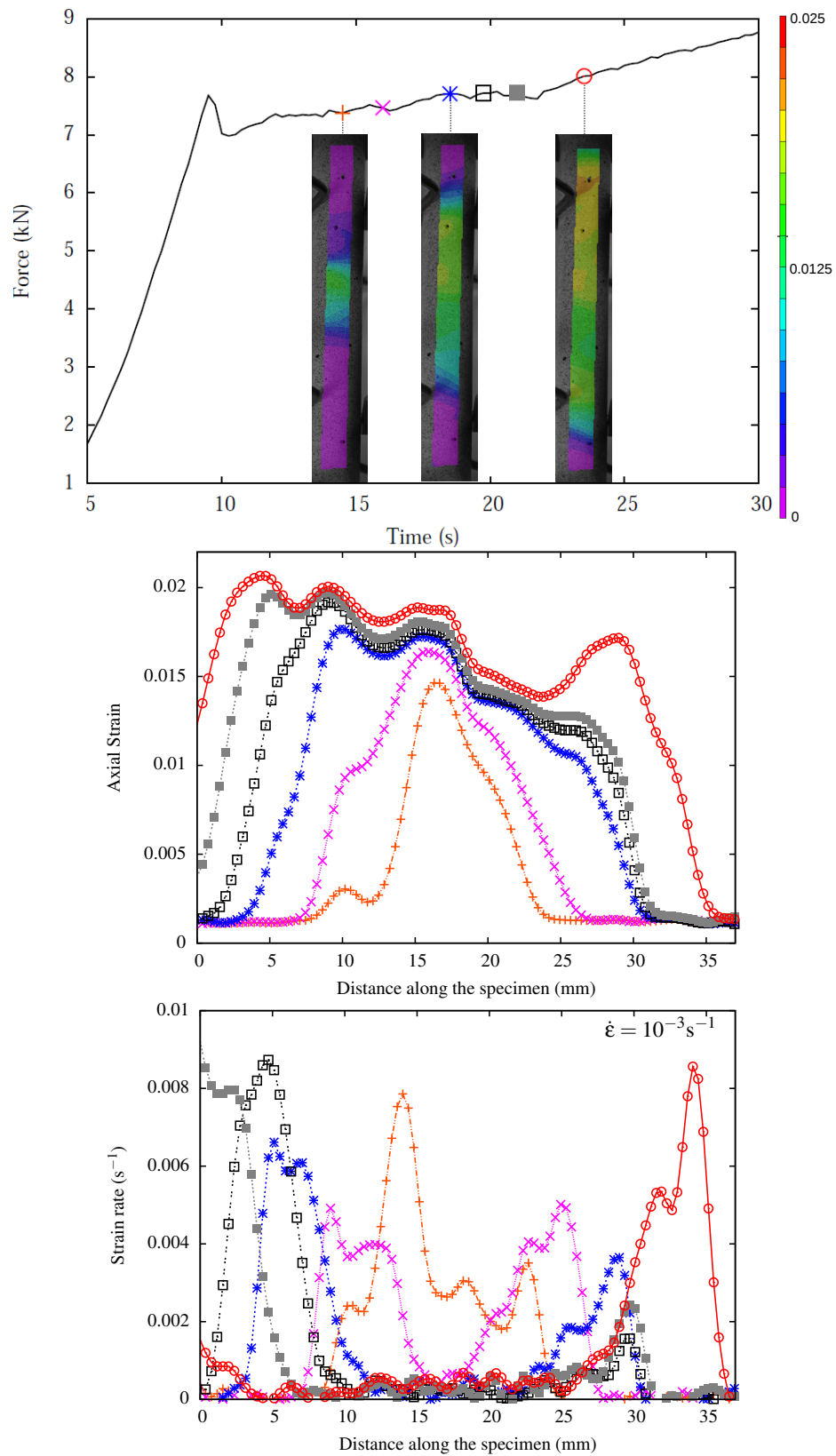
Essai	Taille d'image (pixels)	Fréquence d'acquisition (images/s)	Taille d'imagette ZOI (pixels)	Facteur de conversion (mm/pixel)
13C	1202x106	4	15x15	0.03
17A	232x1660	3	19x19	0.025
21B	235x1695	0.2	15x15	0.026
33	240x2044	5	23x23	0.17

TAB. C.2 – Données des essais de traction couplés avec la corrélation d'images.

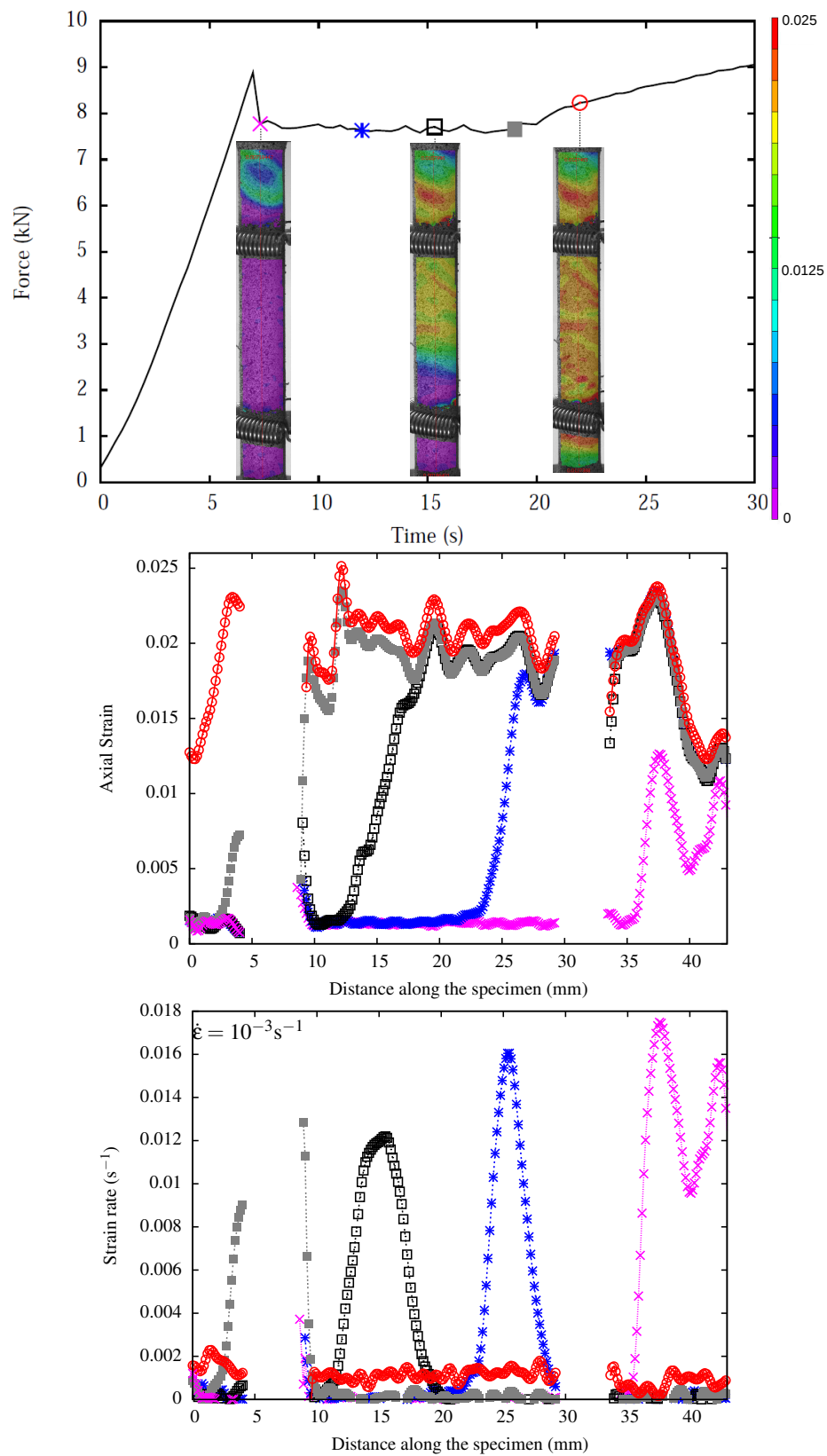
Essai	Type d'éprouvette	Etat	Température (°C)	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )
13C	TC6	ER	20	$10^{-3}$
17A	TC6	Vieillie	20	$10^{-3}$
21B	TC6	ER	20	$10^{-5}$
33	Barreau (40x40x470)	ER	20	$10^{-5}$



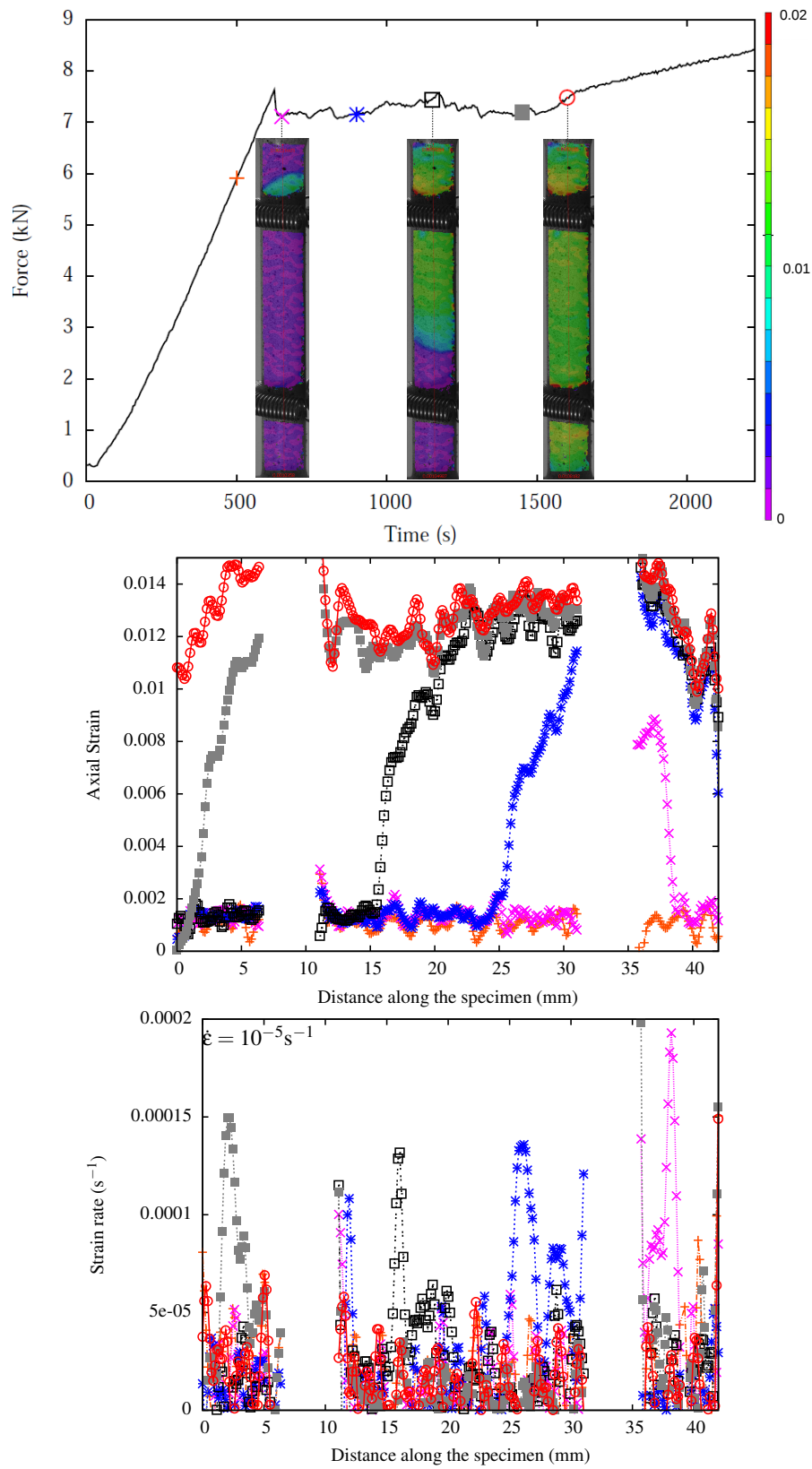
## C.1 Essai 13C



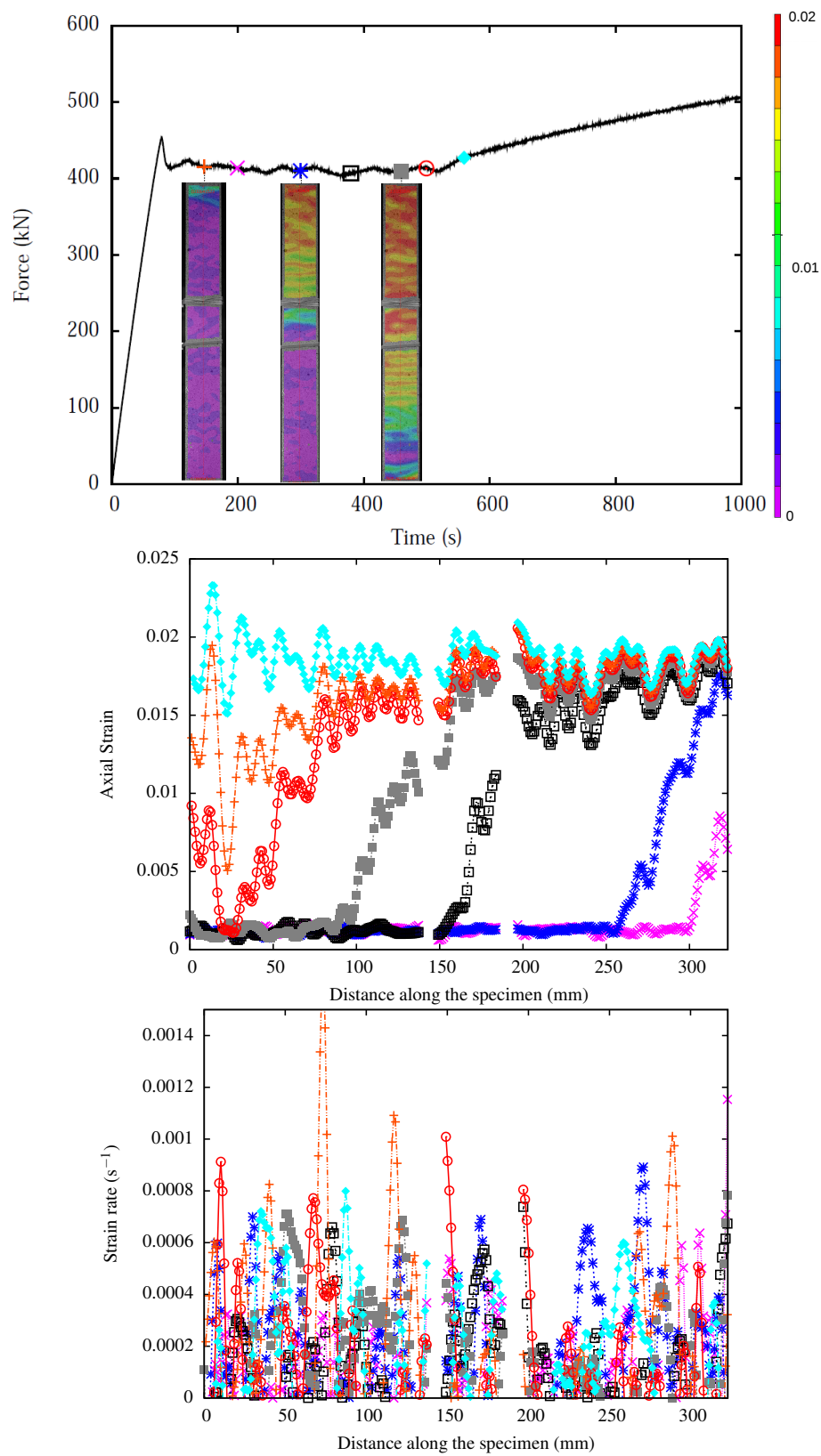
## C.2 Essai 17A



### C.3 Essai 21B



## C.4 Essai 33





# D

## Essais de traction sur éprouvette ER et sur éprouvette vieillie

La figure D.1 montre les résultats des essais de traction menés sur des éprouvettes TC6 à la température ambiante pour une vitesse donnée de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour deux états différents du matériau. Deux essais sont effectués sur le matériau dans l'état de réception (ER) et un autre essai est fait sur une éprouvette ayant subi au préalable un vieillissement thermique de 30 min à  $250^\circ\text{C}$ . Ces conditions de vieillissement sont celles prises au cours de l'étude pour tous les autres cas. On peut observer que le comportement entre les deux états, ER et vieilli, est sensiblement identique. Ce qui valide l'hypothèse faite que l'état du matériau à l'état de réception se trouve déjà dans un état de vieillissement stabilisé et avancé.

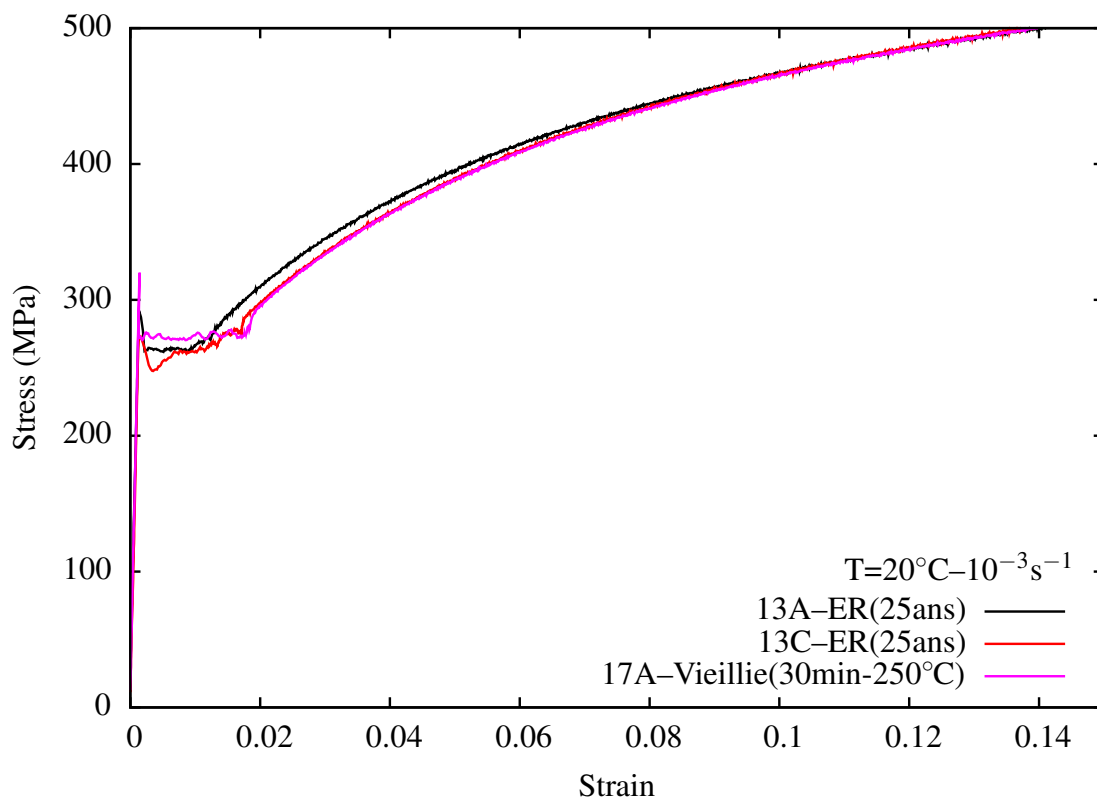


FIG. D.1 – Courbe contrainte-déformation pour des éprouvettes ER et vieilli.



# Plan de prélèvement du barreau de traction

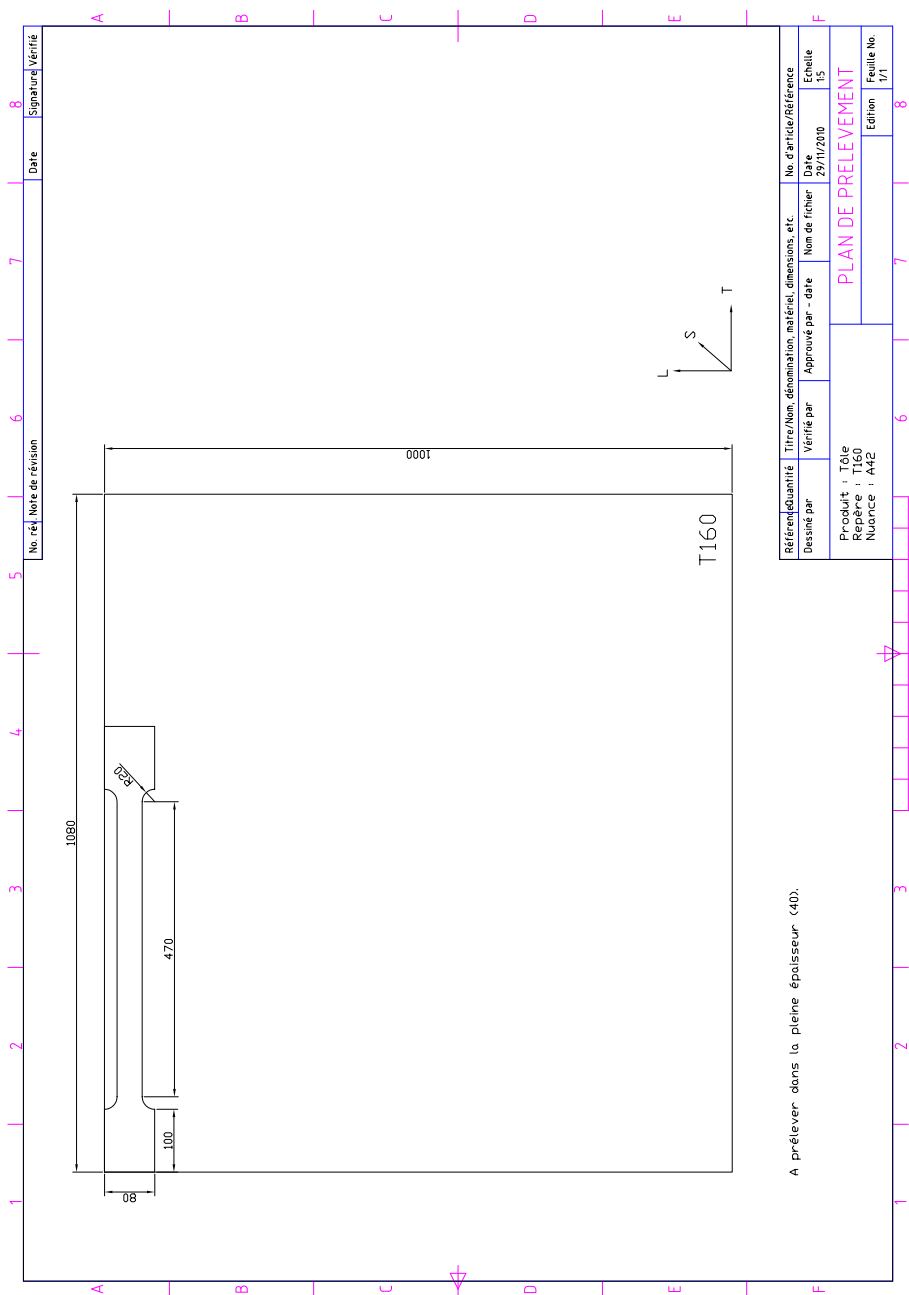


FIG. E.1 – Plan de prélèvement du barreau pour pré-écrouissage en traction dans la tôle.





## Prélèvement et usinage dans le barreau

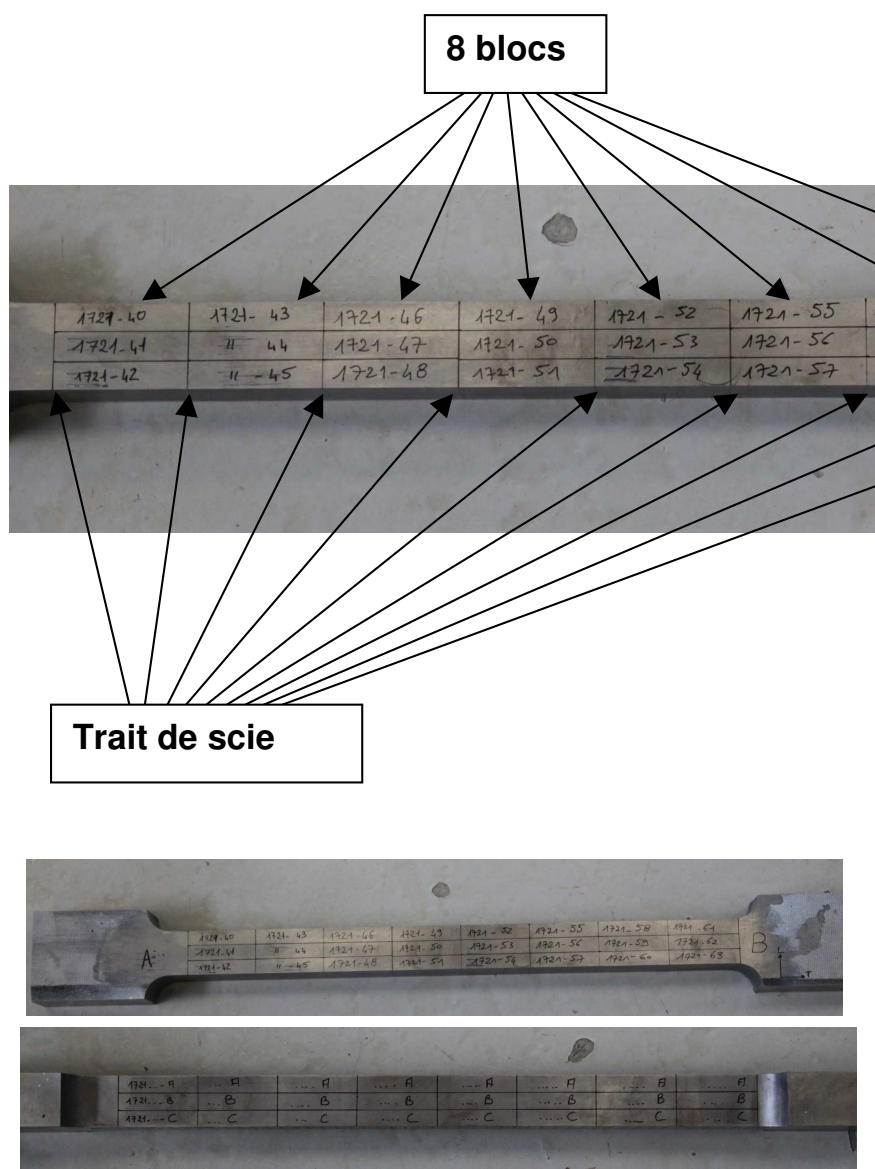


FIG. F.1 – Plan de prélèvement et usinage des éprouvettes de résilience dans le barreau pré-écroui en traction.





## Résultats détaillés des essais Charpy

### G.1 Résultats expérimentaux 3 conditions

---

Repère Essai	T (°C)	Énergie (J)	Résilience (daJ/cm <sup>2</sup> )	« Cristallinité » (%)	Expansion latérale (mm)
5A	-100	5.5	0.69	100	0.02
5B	-100	4.76	0.60	100	0.03
4A	-50	6.32	0.79	94	0.12
4C	-50	6.65	0.83	96	0.16
3A	-20	23.6	2.95	79	0.58
3B	-20	12	1.50	82	0.29
8A	-20	29.06	3.63	70	0.71
2A	0	33.8	4.23	58	0.78
2B	0	33.5	4.19	61	0.81
8B	0	21.19	2.65	74	0.60
1A	20	65.02	8.13	29	1.49
1B	20	74.57	9.32	28	1.57
9A	20	13.44	1.68	79	0.37
6A	60	87.58	10.95	0	1.95
6B	60	93.41	11.68	1	2.02
7A	80	74.45	9.31	0	1.75
7B	80	64.65	8.08	9	1.50

TAB. G.1 – Résultats d'essais de résilience à l'état ER.

Repère Essai	T (°C)	Énergie (J)	Résilience (daJ/cm <sup>2</sup> )	« Cristallinité » (%)	Expansion latérale (mm)
40A	-100	4.36	0.55	100	0.02
40B	-100	4.28	0.54	100	0.02
40C	-50	5.74	0.72	98	0.05
41B	-50	6.57	0.82	97	0.14
41A	-20	9.43	1.18	94	0.14
42B	-20	9.77	1.22	91	0.17
41C	-20	9.08	1.14	90	0.17
43B	0	23.7	2.96	80	0.46
42A	0	19.77	2.47	84	0.40
42C	0	14.97	1.87	77	0.34
43C	20	32.55	4.07	66	0.69
44B	20	25.66	3.21	61	0.57
43A	20	33.38	4.17	66	0.67
45C	20	31.19	3.90	64	0.68
50B	20	24.98	3.12	66	0.53
51B	40	93.81	11.73	7	1.70
51C	40	89.16	11.15	12	1.66
44A	60	95.95	11.99	0	1.73
45B	60	102.17	12.77	0	1.90
44C	80	101.36	12.67	0	1.94
46B	80	95.82	11.98	0	1.79

TAB. G.2 – Résultats d'essais de résilience à l'état écroui.

Repère Essai	T (°C)	Énergie (J)	Résilience (daJ/cm <sup>2</sup> )	« Cristallinité » (%)	Expansion latérale (mm)
52A	-100	3.88	0.49	100	0.05
52B	-100	4.04	0.51	100	0.01
52C	-50	4.6	0.58	99	0.02
53B	-50	4.76	0.60	98	0.07
53A	-20	6.48	0.81	94	0.08
54B	-20	8.32	1.04	94	0.11
53C	-20	9.43	1.18	93	0.15
54A	0	9.25	1.16	89	0.16
55B	0	9.34	1.17	82	0.17
54C	0	16.06	2.01	85	0.30
55A	20	27.85	3.48	65	0.58
56B	20	41.06	5.13	65	0.79
55C	20	38.68	4.84	58	0.80
62B	20	18.76	2.35	72	0.43
63A	20	23.71	2.96	70	0.55
63C	40	71.93	8.99	23	1.36
63B	40	46.49	5.81	42	0.96
56A	60	93.54	11.69	0	1.87
57B	60	85.1	10.64	8	1.48
56C	80	95.95	11.99	0	1.90
58B	80	97.29	12.16	0	1.77

TAB. G.3 – Résultats d'essais de résilience à l'état écroui et vieilli.

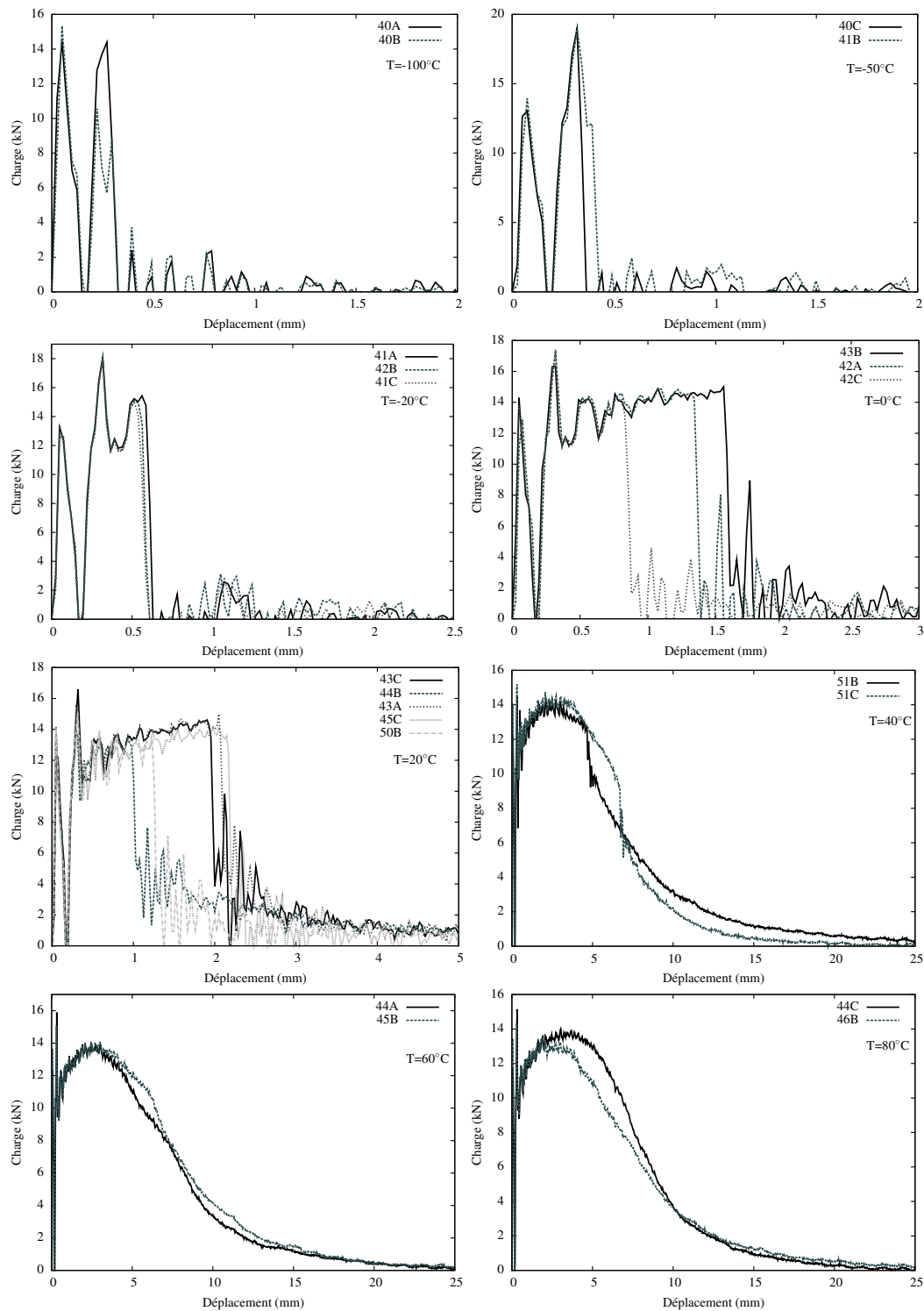


FIG. G.1 – Courbes charge-déplacement obtenues à différentes températures pour l'état écroui.

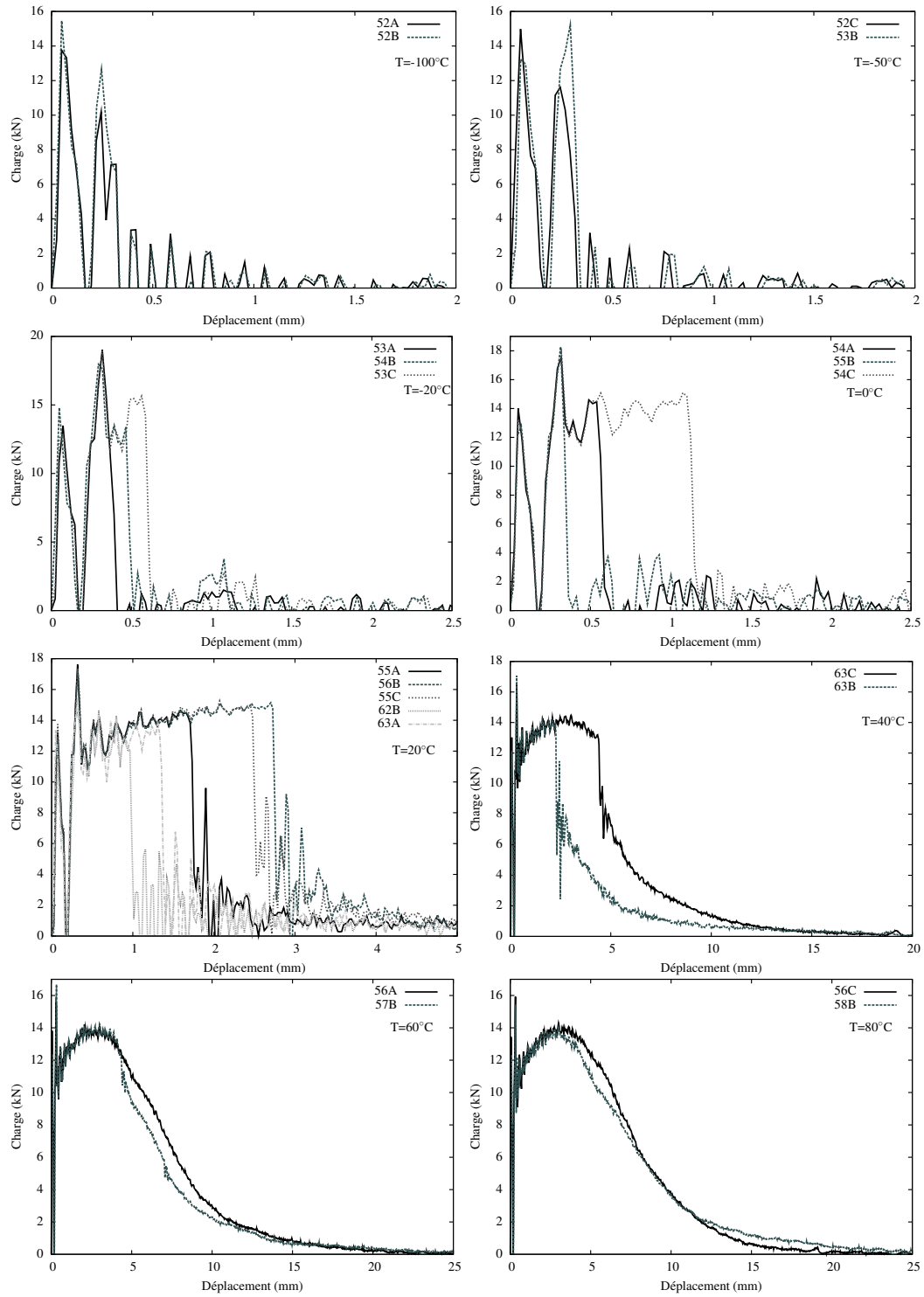


FIG. G.2 – Courbes charge-déplacement obtenues à différentes températures pour l'état écroui et vieilli.



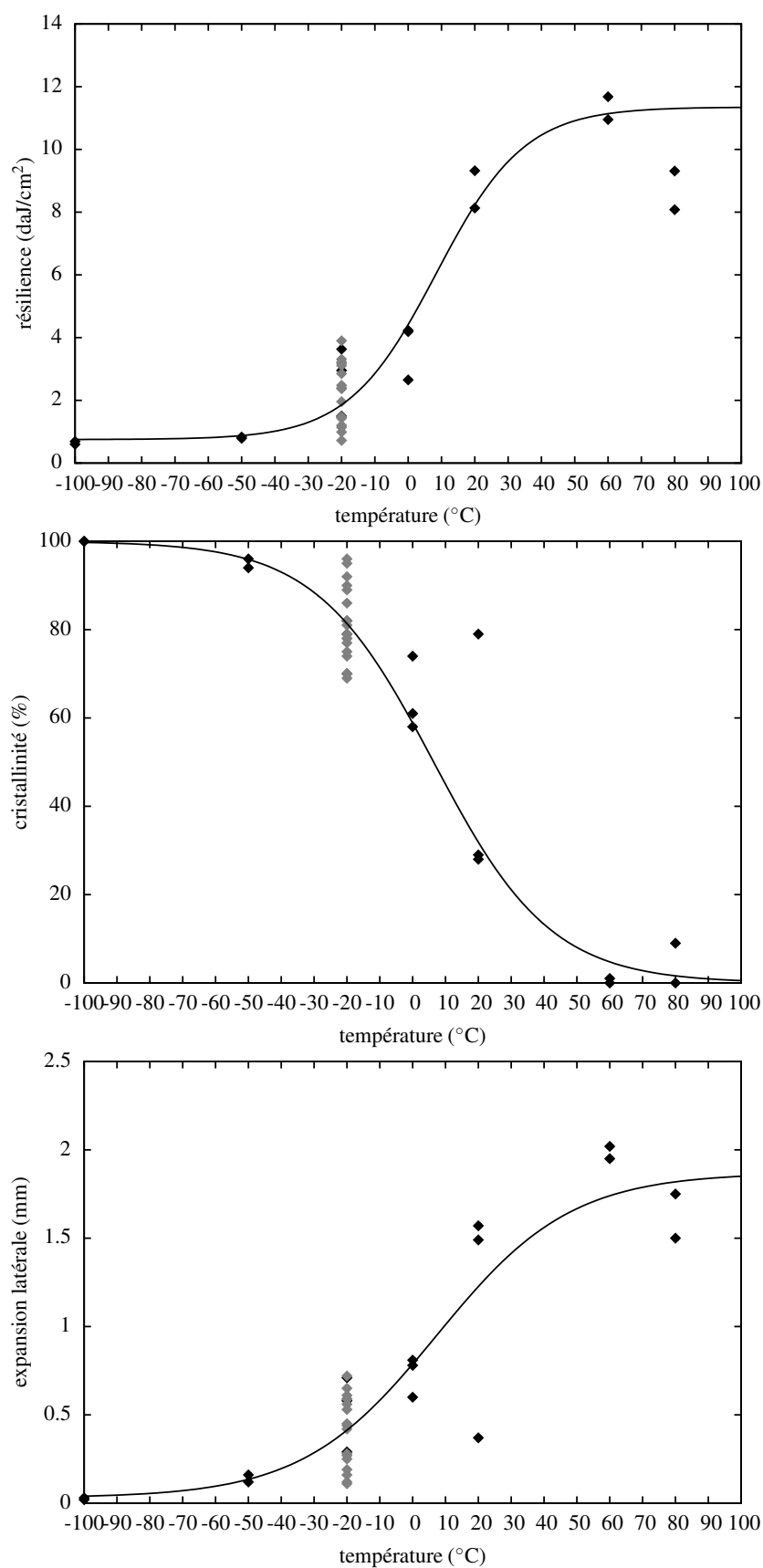


FIG. G.3 – Evolution de la résilience, de la « cristallinité » et de l'expansion latérale en fonction de la température pour l'état ER.

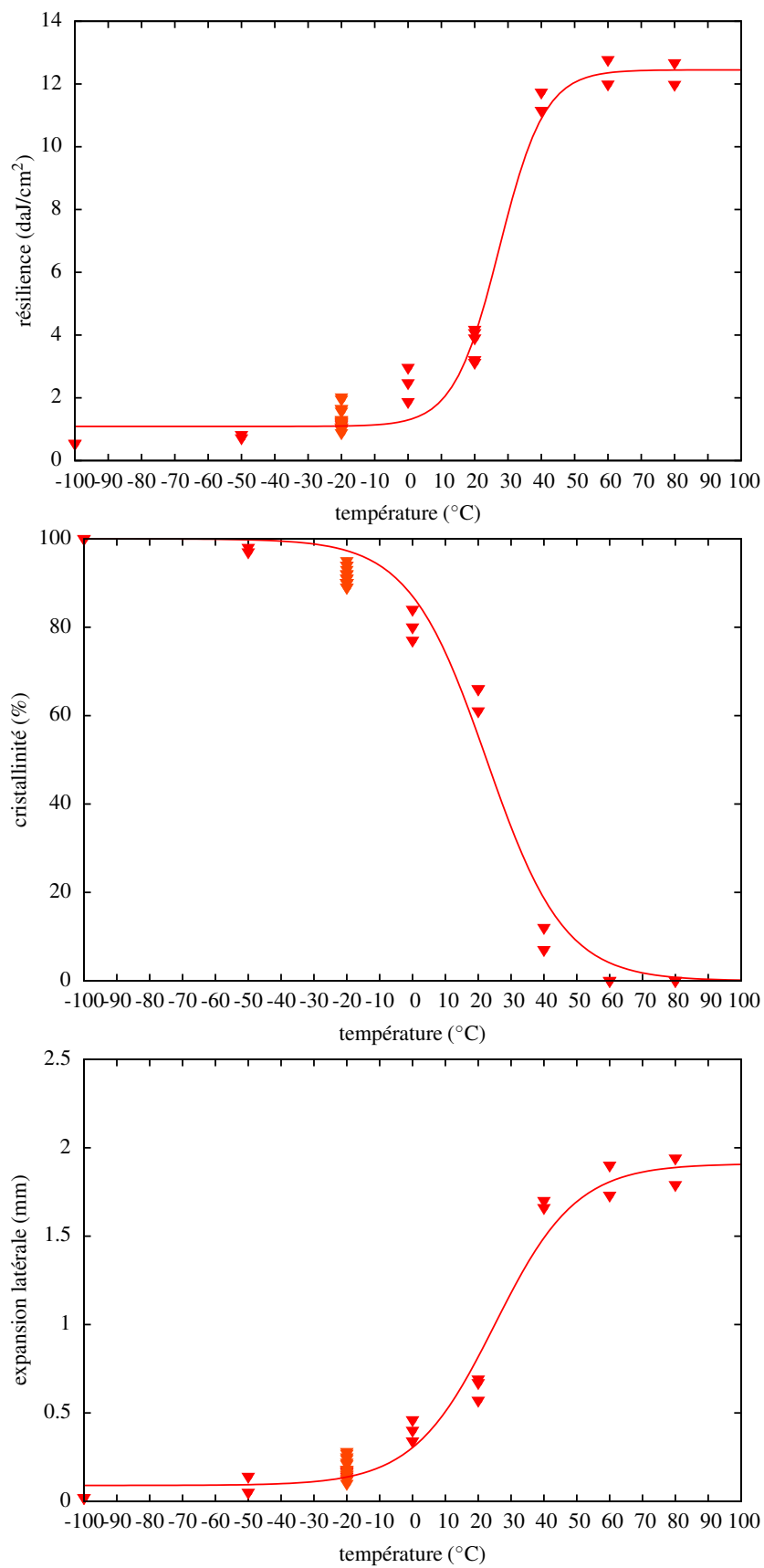


FIG. G.4 – Evolution de la résilience, de la « cristallinité » et de l'expansion latérale en fonction de la température pour l'état écroui.

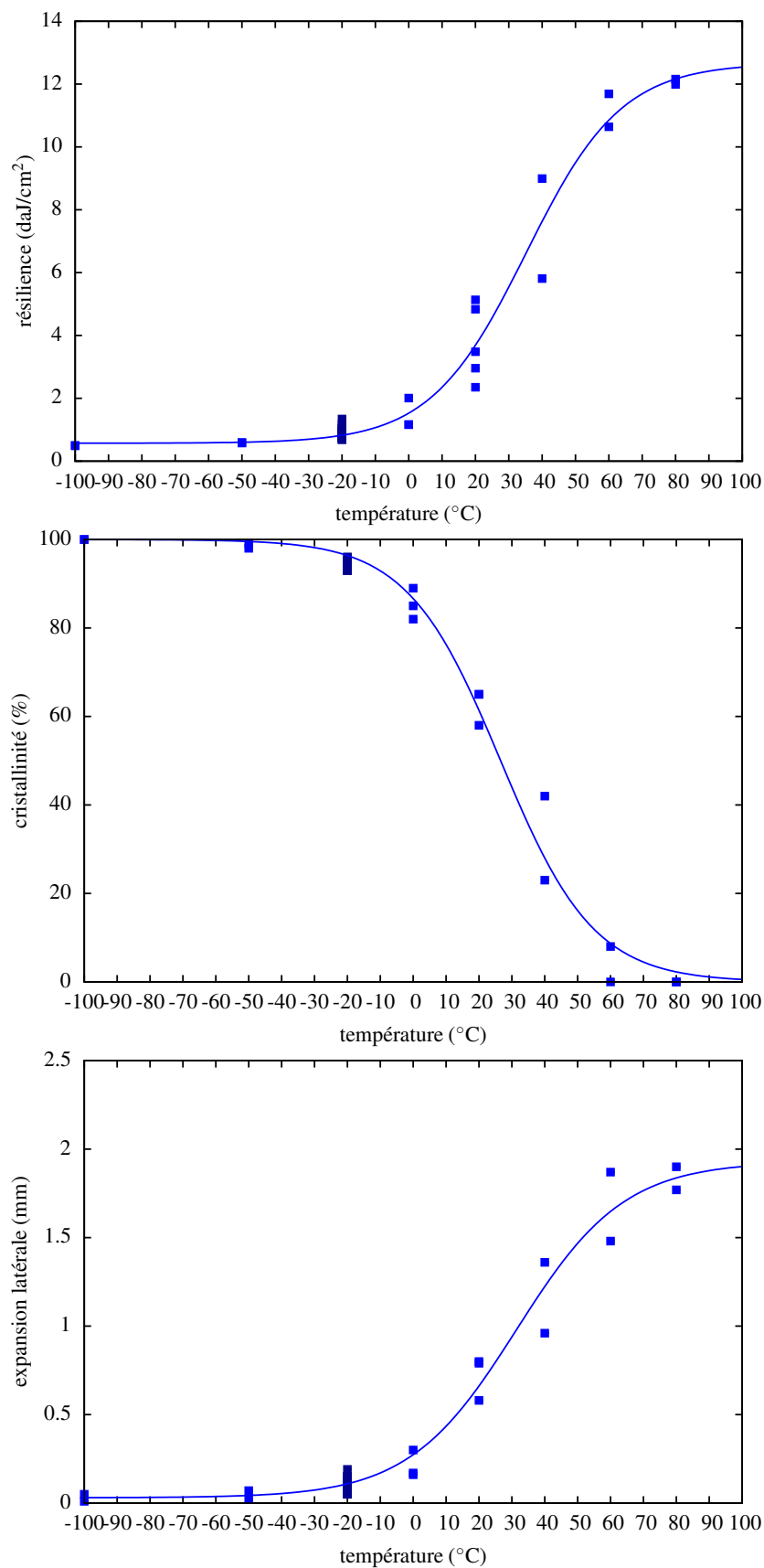


FIG. G.5 – Evolution de la résilience, de la « cristallinité » et de l'expansion latérale en fonction de la température pour l'état extrudé vieilli.

## G.2 Reproductibilité, température de dispersion

Repère Essai	T (°C)	Énergie (J)	Résilience (daJ/cm <sup>2</sup> )	« Cristallinité » (%)	Expansion latérale (mm)
1C	-20	19.20	2.40	81	0.45
2C	-20	26.45	3.31	74	0.65
3C	-20	31.21	3.90	69	0.72
5C	-20	22.80	2.85	70	0.56
6C	-20	18.92	2.37	78	0.44
7C	-20	5.74	0.72	95	0.11
8C	-20	9.60	1.20	92	0.19
9C	-20	9.08	1.14	96	0.12
10A	-20	25.76	3.22	75	0.59
10B	-20	25.46	3.18	70	0.61
10C	-20	24.87	3.11	82	0.59
11A	-20	11.41	1.43	78	0.28
11B	-20	19.86	2.48	77	0.53
11C	-20	11.67	1.46	86	0.27
12A	-20	15.69	1.96	79	0.42
12B	-20	7.89	0.99	89	0.16
12C	-20	11.87	1.48	90	0.25

TAB. G.4 – Résultats d'essais de résilience à l'état ER pour la température de dispersion, -20°C.

Repère Essai	T (°C)	Énergie (J)	Résilience (daJ/cm <sup>2</sup> )	« Cristallinité » (%)	Expansion latérale (mm)
45A	-20	8.32	1.04	94	0.15
46A	-20	9.43	1.18	92	0.16
47A	-20	8.57	1.07	95	0.12
48A	-20	12.55	1.57	90	0.25
49A	-20	9.94	1.24	90	0.21
46C	-20	10.28	1.29	92	0.18
47C	-20	7.06	0.88	89	0.13
48C	-20	13.08	1.64	90	0.22
49C	-20	9.94	1.24	91	0.18
50C	-20	13.17	1.65	90	0.24
47B	-20	8.49	1.06	93	0.12
48B	-20	7.9	0.99	91	0.1
49B	-20	10.37	1.3	92	0.15
50A	-20	15.6	1.95	90	0.27
51A	-20	16.15	2.02	89	0.28

TAB. G.5 – Résultats d'essais de résilience à l'état écroui pour la température de dispersion, -20°C.

Repère Essai	T (°C)	Énergie (J)	Résilience (daJ/cm <sup>2</sup> )	« Cristallinité » (%)	Expansion latérale (mm)
57A	-20	6.32	0.79	95	0.12
58A	-20	7.31	0.91	96	0.14
59A	-20	5.41	0.68	96	0.05
60A	-20	8.57	1.07	94	0.11
61A	-20	10.72	1.34	93	0.19
57C	-20	7.65	0.96	95	0.1
58C	-20	5.82	0.73	95	0.08
59C	-20	7.48	0.94	93	0.13
60C	-20	7.56	0.95	93	0.15
61C	-20	7.73	0.97	95	0.09
59B	-20	5.66	0.71	95	0.05
60B	-20	6.65	0.83	95	0.09
61B	-20	5.58	0.7	95	0.05
62A	-20	6.23	0.78	94	0.08
62C	-20	8.32	1.04	93	0.12

TAB. G.6 – Résultats d'essais de résilience à l'état écroui-vieilli pour la température de dispersion, -20°C.

### G.3 Comparaison Charge-déplacement, expérimental-numérique

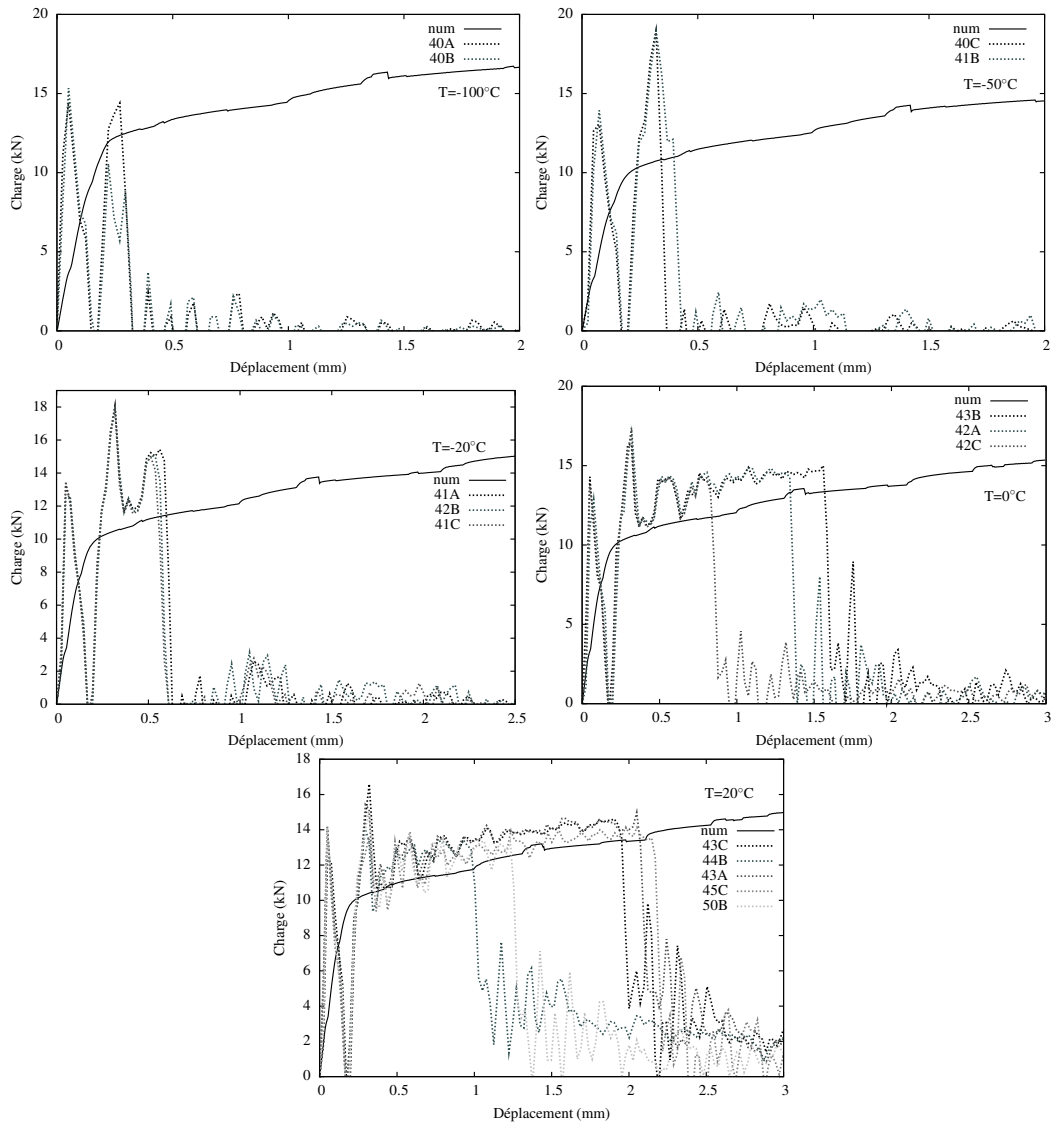


FIG. G.6 – Comparaison expérimental-numérique des courbes charge-déplacement obtenues à différentes températures pour l'état écroui.

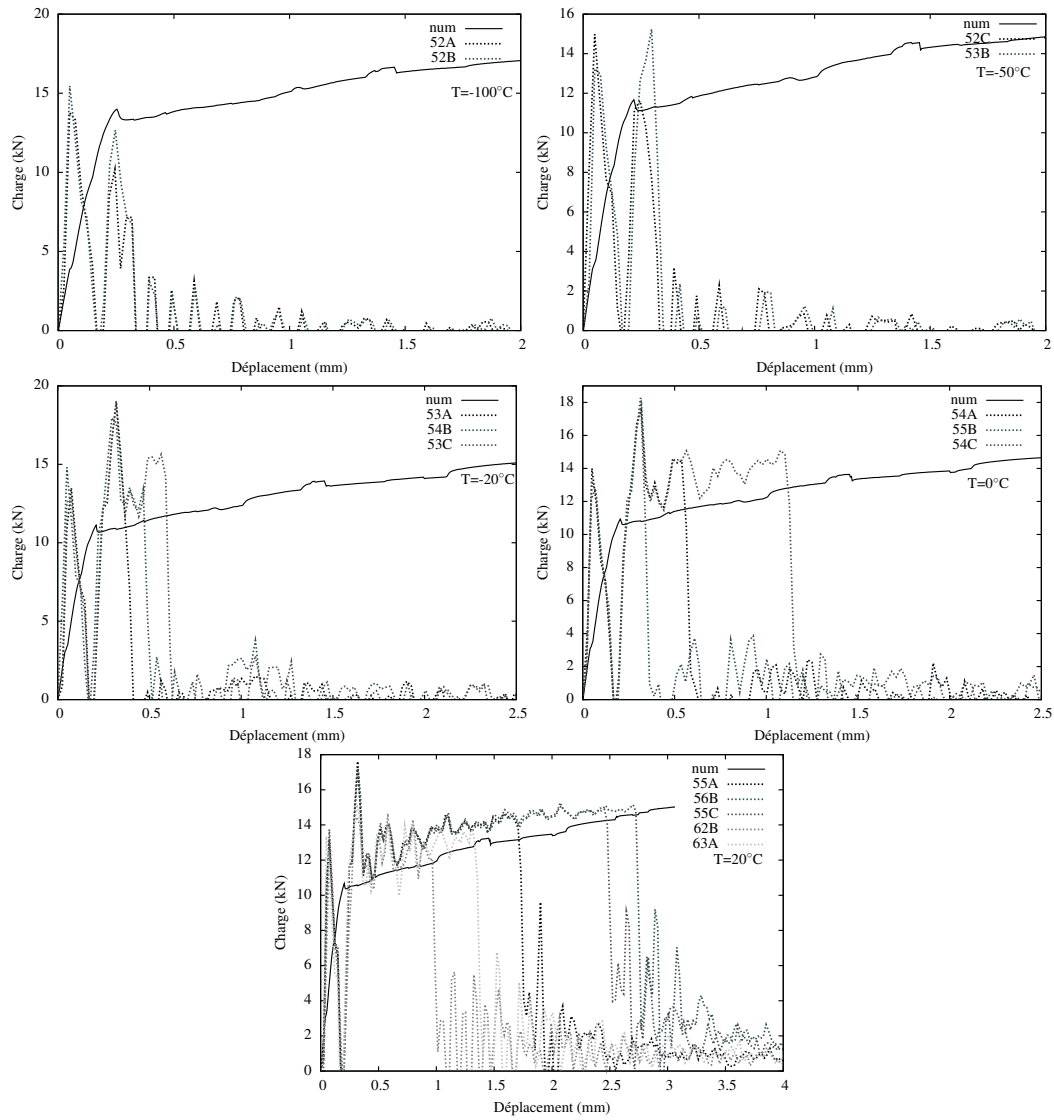


FIG. G.7 – Comparaison expérimental-numérique des courbes charge-déplacement obtenues à différentes températures pour l'état écroui-vieilli.





## Influence du vieillissement statique sur la transition ductile–fragile des aciers au C-Mn

**Résumé :** Les aciers ferritiques pour structures industrielles présentent une transition fragile-ductile de ténacité et de résilience avec leur température. Leur résistance à la rupture fragile joue un rôle essentiel dans la certification de la sécurité des structures industrielles importantes. De nos jours, le souci de performance et de longévité sont des points clés pour des acteurs majeurs comme EDF. Dans ces études de transition ductile-fragile, de ténacité et de résilience, la ténacité est prédite à partir de la résilience. Plusieurs travaux antérieurs ont déjà montré que la probabilité de rupture par clivage peut être correctement décrite dans le palier fragile par une approche locale de la rupture. Mais ces études supposent que le matériau ne subit pas de vieillissement sous déformation, ce qui est en fait rarement pertinent pour les aciers bas carbone et peu calmés. Le travail a consisté d'une part à caractériser le comportement et d'autre part à en proposer une modélisation robuste et explicite des phénomènes observés. La caractérisation a consisté en la réalisation d'essais de traction entre  $-150^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$  à plusieurs vitesses de déformation. Un modèle capable de simuler le vieillissement statique est identifié en mettant en place une stratégie adéquate et systématique. Des essais de résilience permettent de construire la courbe de transition ductile-fragile du matériau pour différentes conditions afin de comprendre et d'observer l'influence du vieillissement statique sur la rupture. Enfin, la modélisation de la rupture fragile a été décrite pour toutes les conditions expérimentales testées en utilisant le modèle de comportement développé et identifié dans la partie précédente afin de prédire numériquement la transition pour les différentes conditions du matériau.

**Mots clés :** vieillissement statique, bande de Lüders, localisation de la déformation, rupture fragile, identification, comportement mécanique

## Influence of the static strain ageing on the ductile–to–brittle transition in C-Mn steel

**Abstract:** Ferritic steels for industrial structures have a brittle-ductile transition toughness and impact energy with temperature. Their resistance to the brittle fracture plays an essential role in the safety certification of industrial structures. Nowadays, the performance and the durability are key issues for major players such as EDF. In these approaches ductile-to-brittle transition toughness and impact energy, toughness is predicted from impact energy. Several previous studies have shown that the probability of cleavage fracture can be adequately described in brittle plateau by a local approach to fracture. However, these studies assume that the material does not undergo strain aging, which is rarely relevant for low carbon steels and low calmed down. The work consisted firstly to characterize the behavior and secondly to propose a robust and explicit modeling of the observed phenomena. Characterization consisted of performing tensile tests between  $-150^{\circ}\text{C}$  and  $20^{\circ}\text{C}$  for several strain rates. A model able to simulate the static aging is identified by implementing an appropriate and systematic strategy. Impact resistance test allows us to build the curve of ductile-to-brittle transition of the material for different conditions to understand and observe the influence of static strain aging on the failure. Finally, modeling of the brittle fracture has been described for all experimental conditions tested using the model developed and identified in the previous section to predict the transition for different material conditions.

**Keywords:** static strain aging, Lüders band, strain localization, brittle fracture, identification, mechanical behavior

